

No English title available.Title: *Dihalogenobenzene derivatives*Patent Number: ☐ CH678334Publication
date: 1991-08-30Inventor(s): REIFFENRATH VOLKER; KRAUSE JOACHIM DR; WEBER GEORG; FINKENZELLER
ULRICH DR; WAECHTLER ANDREAS DR; GEELHAAR THOMAS DR; COATES
DAVID DR; SAGE IAN CHARLES DR; GREENFIELD SIMON DR

Applicant(s): MERCK PATENT GMBH

Requested
Patent: ☐ JP2004725Application
Number: CH19890000884 19890309Priority Number
(s): DE19883807908 19880310IPC
Classification: C09K19/30; G09F9/35; C09K19/42; G02F1/13EC
Classification: C07C25/18, C07C43/225, C07C45/45, C07C49/84, C07C251/24, C07C255/14,
C07C255/50, C07C255/55, C07D213/30C, C07D213/30D2, C07D239/30,
C07D239/34B, C09K19/04A, C09K19/12, C09K19/14, C09K19/20A, C09K19/30A,
C09K19/34BEquivalents: ☐ DD283641, ☐ GB2216523, ☐ IT1232356

Abstract

Certain compounds containing a 2,3-dihalo-1,4-phenylene group may be incorporated into liquid crystal compositions.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑫ 公開特許公報(A) 平2-4725

⑤ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成2年(1990)1月9日

C 07 C 25/18
17/00
17/26

8619-4H

※

審査請求 未請求 請求項の数 10 (全46頁)

⑥ 発明の名称 ジハロゲノベンゼン誘導体

⑦ 特 願 平1-56566

⑧ 出 願 平1(1989)3月10日

優先権主張 ⑨ 1988年3月10日 ⑩ 西ドイツ(DE) ⑪ P 38 07 908.9

⑫ 発 明 者 フォルカー・ライフエ ドイツ連邦共和国D-6100ダルムシュタット、フランクフルター
ンラート ルテル、シュトラッセ250⑬ 出 願 人 メルク・パテント・ゲ ドイツ連邦共和国D-6100ダルムシュタット、フランクフル
ゼルシャフト・ミツ ルテル、シュトラッセ250
ト・ベシュレンクテ
ル・ハフツング⑭ 代 理 人 弁理士 南 孝 夫
最終頁に続く

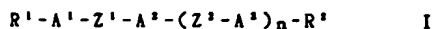
明 細 書

1. 発明の名称

ジハロゲノベンゼン誘導体

2. 特許請求の範囲

(1) 式 I



(式中、 R^1 および R^2 はそれぞれ相互に独立して、C原子1~15個をそれぞれ有する、直鎖状または分枝鎖状のアルキル基またはパーフルオロアルキル基であり、この基中に存在する1個または2個以上の CH_3 基あるいは1個または2個以上の CF_3 基はまた、2個のヘテロ原子が直接に結合しないものとして、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-CO-$ 、 $-O-CO-$ 、 $-S-CO-$ 、 $-O-COO-$ 、 $-CO-S-$ 、 $-CO-O-$ 、 $-E-$ 、 $-CH-$ ハロゲン-および $-CHCN-$ よりなる群から選ばれる基により、あるいはこれらの基のうちの2個の組合せにより置き換えられていてもよく、あるいは基 R^1 および基 R^2 のうちの1つはまた、H、F、Cl、Br、CN、COOH、OH、SH、 NH_2 、 NO_2 、 $-NCS$ 、NC

または SF_6 であることができ、Eは $-CR^3=CR^4-$ 、 $-CR^3-CR^4-$ または $-C\equiv C-$ で

あり、

R^3 および R^4 はそれぞれ相互に独立して、H、C原子1~6個を有するアルキル、F、Cl、Br、CF₃またはCNであり、

Z^1 および Z^2 は、それぞれ、相互に独立して、 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$ 、 $-CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2-O-$ 、 $-O-CH_2-$ 、 $-N=CH_2-$ 、 $-CH_2=N-$ 、 $-CH_2-CO-$ 、 $-CO-CH_2-$ 、 $-N=N-$ 、 $-NO=N-$ 、 $-N=NO-$ 、 $-C\equiv C-$ または単結合であり、

A^1 、 A^2 および A^3 は、それぞれ、相互に独立して、1,4-フェニレン基であり、この基は非置換であるか、または1個または2個以上のハロゲン、ニトリルおよび(または)アルキル置換基により置換されており、そしてこの基中に存在する1個または2個以上のCH基はNにより置き換えられていてもよく、あるいは A^1 、 A^2 および A^3 は、それぞれ、1,4-シク

ロヘキシレン基であり、この基中に存在する1個のCH₂基または隣接していない2個のCH₂基は、Oおよび(または)Sにより置き換えられていてもよく、あるいはA¹、A²およびA³は、それぞれ、1,4-シクロヘキセニレン基、1,4-ビスクロ(2,2,2)オクチレン基、ピペリジン-1,4-ジイル基、ナフタレン-2,6-ジイル基、デカビドロナフタレン-2,6-ジイル基または1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2,6-ジイル基であり、そして

nは0、1、2または3である、

ただし、a) 環A¹、環A²および環A³のうちの少なくとも一つは2,3-ジハロゲノ-1,4-フエニレンであり、そして

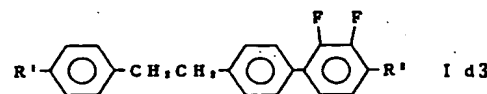
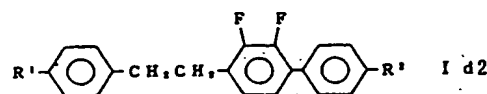
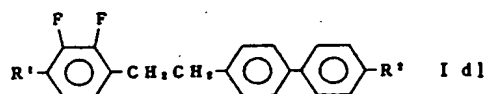
b) 環A¹、環A²および環A³のうちの一つが2,3-ジクロロ-1,4-フエニレン基である場合には、Z¹およびZ²はそれぞれ相互に独立して、-CH₂CH₂-, -CH₂O-, -O-CH₂-, -N=CH₂-, -CH₂=N-, -CH₂-CO-, -CO-CH₂-, -N=N-, -NO-N-, -N=NO-, -C≡C-または単結合だけを変

または基A²が2,3-ジハロゲノ-1,4-フエニレンであることを特徴とする請求項1に記載のジハロゲノベンゼン誘導体。

(3) R¹がアルキルであり、そしてR²がFであることを特徴とする、請求項2に記載のジハロゲノベンゼン誘導体。

(4) 2,3-ジハロゲノ-1,4-フエニレンが2,3-ジフルオロ-1,4-フエニレンであることを特徴とする、請求項1~3のうちの一つに記載のジハロゲノベンゼン誘導体。

(5) 式I d1、I d2およびI d3



し、あるいは基R¹および基R²のうちの一つがF、Cl、Br、CN、NCS、NC、またはSF₆のみを表わし、

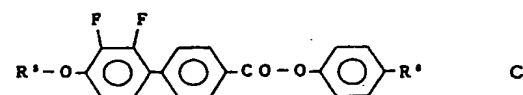
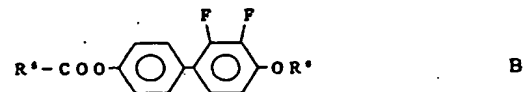
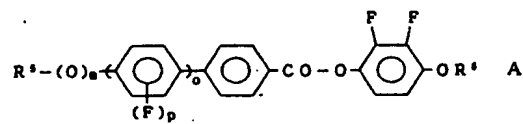
c) 環A¹、環A²および環A³のうちの一つが2,3-ジフルオロ-1,4-フエニレン基であり、そして他の環A¹、環A²および環A³が1,4-フエニレン基である場合には、基Z¹および基Z²のうちの少なくとも一つは単結合以外の基であるか、あるいは基R¹および基R²のうちの一つはF、Cl、Br、CN、NCS、NCまたはSF₆だけを表わしそして

d) 環A¹、環A²および環A³のうちの一つが2,3-ジフルオロ-1,4-フエニレン基であり、環A¹、環A²および環A³のうちの一つが1,4-フエニレン基であり、そして環A¹、環A²および環A³のうちの一つがシクロヘキシレン基である場合には、基Z¹および基Z²のうちの少なくとも一つは単結合以外の基である)で示されるジハロゲノベンゼン誘導体。

(2) 上記式Iにおいて、基R²に隣接する基A³ま

(各式中、R¹およびR²は請求項1に記載の意味を有する)で示されるジハロゲノベンゼン誘導体。

(6) 式A、BおよびC



(各式中、R³およびR⁴はそれぞれ相互に独立して、C原子1~15個を有するアルキルであり、そしてm、pおよびOは0または1である)で示されるジハロゲノベンゼン誘導体。

(7) 式Iで示される化合物を成分として含有する液晶メディア。

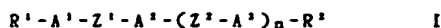
(8) 少なくとも二種の液晶成分を含有する液晶メジウムであって、少なくとも一種の成分が式I、式Id1、式Id2、式Id3、式A、式Bまたは式Cで示される化合物であることを特徴とする液晶メジウム。

(9) 請求項8に記載の液晶メジウムを含有することを特徴とする液晶表示素子。

(10) 請求項8に記載の液晶メジウムを誘電体として含有することを特徴とする、請求項9に記載の電気光学表示素子。

3. 発明の詳細な説明

本発明は下記の式Iで示されるジハロゲンベンゼン誘導体に関する：



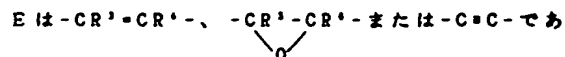
(式中、 R^1 および R^2 はそれぞれ相互に独立して、C原子1～15個をそれぞれ有する、直鎖状または分枝鎖状のアルキル基またはパーフルオロアルキル基であり、この基中に存在する1個または2個以上の CH_3 基あるいは1個または2個以上の CF_3 基はまた、2個のヘテロ原子が直接に

て、1,4-フェニレン基であり、この基は非置換であるか、または1個あるいは2個以上のハロゲン、ニトリルおよび(または)アルキル置換基により置換されており、そしてこの基中に存在する1個または2個以上の CH_3 基はNにより置き換えられていてもよく、あるいは A^1 、 A^2 および A^3 は、それぞれ、1,4-シクロヘキシレン基であり、この基中に存在する1個の CH_2 基または隣接していない2個の CH_2 基は、Oおよび(または)Sにより置き換えられていてもよく、あるいは A^1 、 A^2 および A^3 は、それぞれ、1,4-シクロヘキセニレン基、1,4-ビスクロ(2,2,2)オクチレン基、ピペリジン-1,4-ジイル基、ナフタレン-2,6-ジイル基、デカヒドロナフタレン-2,6-ジイル基または1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-2,6-ジイル基であり、そして

nは0、1、2または3である、

ただしa) 環 A^1 、環 A^2 および環 A^3 のうちの少なくとも一つは2,3-ジハロゲン-1,4-フェニレン

結合しないものとして、-O-、-S-、-CO-、-O-CO-、-S-CO-、-O-COO-、-CO-S-、-CO-O-、-E-、-CH-ハロゲン-および-CHCN-よりなる群から選ばれる基により、あるいはこれらの基のうちの2個の組合せにより置き換えられていてもよく、あるいは基 R^1 および基 R^2 のうちの一つはまた、H、F、Cl、Br、CN、COOH、OH、SH、NH₂、NO₂、-NCS、NCまたはSF₆であることができ、



り、

R^1 および R^2 はそれぞれ相互に独立して、H、C原子1～6個を有するアルキル、F、Cl、Br、CF₃またはCNであり、

Z^1 および Z^2 は、それぞれ相互に独立して、-CO-O-、-O-CO-、-CH₂CH₂-、-CH₂-O-、-O-CH₂-、-N=CH₂-、-CH₂=N-、-CH₂-CO-、-CO-CH₂-、-N=N-、-NO=N-、-N=NO-、-C=C-または単結合であり、

A^1 、 A^2 および A^3 は、それぞれ、相互に独立し

ンであり、そして


b) 環 A^1 、環 A^2 および環 A^3 のうちのの一つが2,3-ジクロロ-1,4-フェニレン基である場合には、 Z^1 および Z^2 はそれぞれ相互に独立して、-CH₂CH₂-、-CH₂O-、-O-CH₂-、-N=CH₂-、-CH₂=N-、-CH₂-CO-、-CO-CH₂-、-N=N-、-NO=N-、-N=NO-、-C=C-または単結合だけを表わし、あるいは基 R^1 および基 R^2 のうちのの一つはF、Cl、Br、CN、NCS、NC、またはSF₆のみを表わし、

c) 環 A^1 、環 A^2 、および環 A^3 のうちのの一つが2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレン基であり、そして他の環 A^1 、環 A^2 および環 A^3 が1,4-フェニレン基である場合には、基 Z^1 および基 Z^2 のうちの少なくとも一つは単結合以外の基であるか、あるいは基 R^1 および基 R^2 のうちのの一つはF、Cl、Br、CN、NCS、NCまたはSF₆のみを表わし、そして


d) 環 A^1 、環 A^2 および環 A^3 のうちのの一つが2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレン基であり、環 A^1 、環 A^2 および環 A^3 のうちのの一つが1,4-フ

エニレン基であり、そして環A¹、環A²および環A³のうちの一つがシクロヘキシレン基である場合には、基Z¹および基Z²のうちの少なくとも一つは単結合以外の基である)。

簡潔にするために、以下の記載において、Cycは1,4-シクロヘキシレン基であり、CCNは1-(4)-シアノ-1,4-シクロヘキシレン基であり、Cheは1,4-シクロヘキセニレン基であり、Dioは1,3-ジオキサソ-2,5-ジイル基であり、Ditは1,3-ジチアソ-2,5-ジイル基であり、Bcoは1,4-ビスクロ〔2,2,2〕オクチレン基であり、Pipはピペリジン-1,4-ジイル基であり、Pheは1,4-フェニレン基であり、Rydはピリジン-2,5-ジイル基であり、Pyrはピリミジン-2,5-ジイル基であり、そしてPynはピリダジン-2,5-ジイル基であり、これらの基は非置換であるか、または置換されていることができる。

PheXは式  で示される基であり、この式中、および以下の記載において、Xは、好まし

くは、塩素またはフッ素である。PheX₂は、式

 で示される基であり、この式中および以下の記載において、X₁およびX₂は好ましくは塩素および(または)フッ素である。

式Iで示される化合物は、液晶相、特にねじれセルの原則、ゲスト-ホスト効果、整列相の変形の効果または動的散乱の効果にもとづく表示体用の液晶相の成分として使用することができる。

負の誘電率異方性 ($\Delta\epsilon = \epsilon_{||} - \epsilon_{\perp} < 0$ 、式中 $\epsilon_{||}$ は分子の長軸に沿った誘電率であり、そして ϵ_{\perp} は分子長軸に対して垂直である誘電率である) を有する式Iで示される化合物は、それらの分子の長軸が電場において、この場の方向に対して垂直に整列される。この効果は知られており、種々の液晶表示体、たとえば光散乱タイプ(動的散乱)の液晶セル、または、いわゆるDAPタイプ(整列相の変形)の液晶セル、またはゲスト/ホストタイプ(ゲスト/ホスト

相互作用)の液晶セルにおいて、光学的透明性の制御に使用されている。

正の誘電率異方性を有する液晶を使用する場合に、その均一な配向(これは枝表面の処理により達成される)は電圧の印加によりホメオトロピック状に調整される、すなわちセルは着色から無色にスイッチされる。この方法では、無色の記号が着色した背景上に表示される。これとは逆に、負の誘電率異方性を有する液晶が使用された場合には、そのホメオトロピック配向(枝表面を処理することにより得られる)は電極表面に対して平行に電圧を印加することにより調整され、この場合には、無色背景上に着色した画像要素を表示することができる。

二周波マトリックスアドレスにより、また、液晶表示体、特にねじれセルおよびゲスト/ホストセルの液晶表示体のマルチプレックス駆動におけるマルチプレックス要件を改善することが提案されている(たとえば、西ドイツ国特許出願公報2856134および同2907940)。

低周波電圧の印加の下で正の誘電率異方性を有する液晶の誘電率異方性が高周波の下では負になることがこの場合に利用される。キャパシテイ損失を小さく維持するために、このような液晶の「クロスオーバー周波数」 $f_c(\epsilon_{||})$ が ϵ_{\perp} になるときの誘電率緩和周波数)はできるだけ低くあるべきであり、たとえば20kHzより高くなるべきではない。さらにまた、誘電率異方性の絶対値はクロスオーバー周波数以下およびクロスオーバー周波数以上の両方でできるだけ大きくあるべきである。しかしながら、二周波法に特に関連する物質は一般に、クロスオーバー周波数以下の周波数における誘電率異方性絶対値よりも、クロスオーバー周波数以上の周波数における誘電率異方性絶対値の方が低いということが見いだされた。この欠点は負の誘電率異方性および適当な緩和特性を有する化合物の添加により排除することができる。

式Iで示される化合物はさらにまた、カイラルにチルトされたスメクテック相の成分とし

て通している。

強誘電性を有するカイラルにチルトされたスメクティック液晶相は一種または二種以上のチルトされたスメクティック相を有する基材混合物に適当なカイラルドーピング物質を添加することにより調製することができる(L. A. Veresnev等によるMoL. Cryst. Liq. Cryst. 89, 327頁(1982年); およびH. R. Brand等によるJ. Physique 44 (Lett.), L-771 (1983年))。

このような相はClarkおよびLagerwallにより開示されたSSFLCテクノロジーの原則(N. A. ClarkおよびS. T. LagerwallによるAppl. Phys. Lett. 36, 899頁(1980年); およびUSP 4,367,924)にもとづいて、カイラルにチルトされた相の強誘電性物性にもとづき、迅速スイッチング性表示体の誘電体として使用することができる。

弱い負の誘電異方性を有する多くの液晶化合物が現在までに、すでに合成されている。これに対して、高い負の誘電率異方性を有する液晶

から、当業者は本発明の化合物を簡単な方法で合成できることを予測することはできないのであり、あるいは本発明による化合物がきわまって好ましい位置にあるメソフェーズ範囲を有し、しかも低い粘度と組合された高い負の誘電異方性を有する点で異なっていることを認識することもできない。

EP 084,194にはまた、この特許で特許請求されている化合物が低いスメクティック傾向を有することから、本発明による化合物をSSFLCテクノロジーの原則にもとづく表示体において使用できることを示す記述も全く欠いている。

さらにまた、2,3-ジクロロヒドロキノンのジベンゾエート化合物が知られている[たとえばBristol等によるJ. Org. Chem. 39 3138頁(1974年)またはClanderman等によるJ. Am. Chem. Soc. 97, 1585頁(1975年)]。しかしながら、これらの化合物は単変性であるか、または非常に狭いメソフェーズ範囲を有するだけである。Eidenschink等により開示された(Angew.

化合物は依然として比較的少ししか知られていない。さらに、このような高い負の誘電率異方性を有する化合物は、たとえば混合物中における貧弱な溶解性、高い粘度、高い融点、および化学的不安定性などの欠点を有する。従って、負の誘電異方性を有し、大部分の電気光学用途のための混合物の物性をさらに改善することができる別種の化合物が求められている。

負の誘電異方性を有し、そしてカルボキシ基または共有結合により結合している2個または3個の環および1個または2個以上の側鎖基、たとえばハロゲン、シアノまたはニトロ基を有する液晶成分はDE 22 40 864、DE 26 13 293、DE 28 35 662、DE 28 36 086およびEP 023,728から知られている。

本発明により特許請求されている化合物はEP 084,194に記載されている広い式の中に包含される。しかしながら、EP 084,194には、本発明による式で示されている化合物はいずれも具体的にあげられていない。従って、この従来技術

Chem. 89, 103頁(1977年))、4-ヒドロキシ-2,3-ジクロロベンゾエート化合物はまた、狭いメソフェーズ範囲を有するだけである。

PCT/EP 87/00515には、ジフルオロフェニル化合物をまた包含する一般式が含まれており、ここには、4-エトキシ-4'-ベンチル-2,3-ジフルオロターフェニルがECB混合物の成分として記載されている。

DE OS 29 33 563から知られている4-アルキル-2,3-ジクロロフェニル-4'-アルキルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート化合物はそれらの高い粘度から、工業的に使用することはできない。

本発明の目的は高い負の誘電異方性を有し、同時に低い粘度を有する安定な液晶化合物またはメソゲン性化合物を見い出すことにもとづいていた。

式Iで示される化合物が液晶相の成分として格別に通することが見い出された。特に、これらの化合物を用いることによって、広いメソフ

エース範囲および比較的低い粘度を有する安定な液晶相を調製することができる。

式 I で示される化合物はさらにまた、カイラルにチルトされたスメクティック液晶相の成分としても適している。

式 I で示される化合物を提供することによって、種々の技術的観点から、液晶混合物の調製に適する液晶物質の範囲がさらに全く一般的に相当に拡大される。

式 I で示される化合物は広い用途範囲を有する。置換基を選択することによって、これらの化合物は液晶相を主として構成する基材として使用することができる。しかしながら、式 I で示される化合物はまた、他の群の化合物からの液晶基材に添加して、たとえばこのような誘電体の誘電異方性および(または)光学異方性および(または)粘度および(または)自発分極および(または)相範囲および(または)チルト角および(または)ピッチを変えることができる。

式 I で示される化合物はさらにまた、液晶誘

[各式中、 R^1 および R^2 はそれぞれ相互に独立して、C原子1~15個を有するアルキルであり、そしてm、pおよび0は0または1である]。

本発明はさらにまた、式 I で示される化合物の液晶メジウムの成分としての使用に関する。本発明はさらにまた、式 I で示される化合物の少なくとも一種を含有する液晶メジウムおよびこのような相を含有する液晶表示素子に関する。このような相は特に有利な弾性定数を有し、そしてそれらの低い数値によって、TFT混合物に特に適している。

本明細書の全体を通して、 R^1 、 R^2 、 A^1 、 A^2 、 A^3 、 Z^1 、 Z^2 およびnは、別段のことわりがないかぎり、前記の意味を有するものとする。

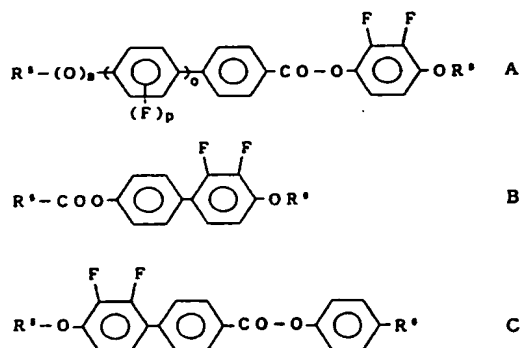
従って、式 I で示される化合物は下記部分式 I a および I b で示される2個の環を有する化合物：



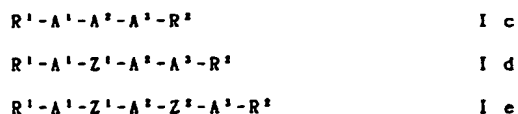
電体の成分として使用することができる他の物質を製造するための中間体化合物としても適している。

式 I で示される化合物は純粋な状態で無色であり、電気光学用途に対して好ましく位置する温度範囲で液晶メソフェーズを形成する。これらの化合物は化学物質、熱および光に対して非常に安定である。

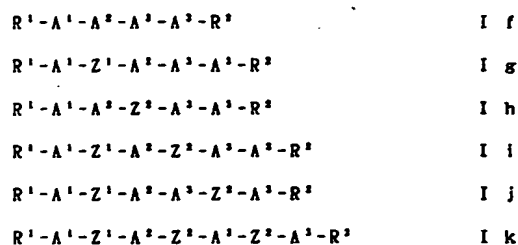
従って、本発明は式 I で示される化合物、特に下記の式 A、式 B および式 C で示される化合物に関する：



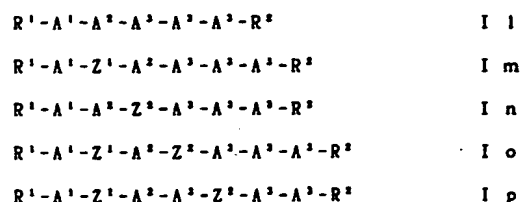
部分式 I c ~ I e で示される3個の環を有する化合物：

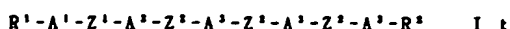
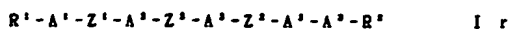
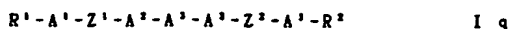


部分式 I f ~ I k で示される4個の環を有する化合物：



および部分式 I l ~ I p で示される5個の環を有する化合物：





を包含する。

本明細書に記載の式で示される化合物において、 R^1 および R^2 は好ましくはC原子1~12個を有するアルキル、あるいはまた、アルコキシである。

本明細書に記載の式で示される化合物において、その分子中に存在する基 R^1 および基 R^2 のうちの 하나가CN、FまたはClである相当する化合物はまた好ましい。

A^1 、 A^2 および A^3 は好ましくはPheX₂、Cyc、Phe、DioまたはPyrである。式Iで示される化合物はそれぞれ好ましくは1個より多くの基Dio、Dit、Pip、Bi、Pyn、Pyrまたは2,3-ジハロゲン-1,4-フェニレンを含有していない。

ただし書き条件に従って、環 A^1 、環 A^2 および環 A^3 のうちの少なくとも一つは2,3-ジハロゲ

基、好ましくは単結合であり、二番目に好ましくは、-CO-O-、-O-CO-、-C=C-または-CH₂CH₂-基である。式Iで示される特に好ましい化合物は、その分子中に存在する基 Z^1 および基 Z^2 の全部が単結合であるか、基 Z^1 または基 Z^2 のうちの一つだけが-CO-O-、-O-CO-、-C=C-または-CH₂CH₂-である相当する化合物である。

2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレン化合物の場合に、PheX₂基に隣接している基 Z^1 または基 Z^2 は好ましくは、単結合、-C=C-、-O-CO-、-CO-O-または-CH₂CH₂-基である。

2,3-ジクロロ-1,4-フェニレン化合物の場合に、PheX₂基に隣接している基 Z^1 または基 Z^2 は好ましくは、単結合または-CO-O-基または-O-CO-基である。

本明細書に記載の式において、 R^1 および R^2 は好ましくは、C原子2~10個、特にC原子3~7個を有する。 R^1 および R^2 中に存在する1個または2個のCH₃基あるいはCF₃基はまた、置き換えられていてもよい。好ましくは、1個だけの

ノ-1,4-フェニレンであり、これらの基のうちの少なくとも一つはまた、2-フルオロ-3-クロロ-1,4-フェニレン、2-フルオロ-3-ブロモ-1,4-フェニレン、2-フルオロ-3-ヨード-1,4-フェニレン、2-クロロ-3-ブロモ-1,4-フェニレン、2-クロロ-3-ヨード-1,4-フェニレン、2-ブロモ-3-ヨード-1,4-フェニレン、2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレン、2,3-ジクロロ-1,4-フェニレン、2,3-ジブロモ-1,4-フェニレンまたは2,3-ジヨード-1,4-フェニレンであることができる。この場合に、ハロゲン置換基が同一である2,3-ジハロゲン-1,4-フェニレン環、たとえば2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレンまたは2,3-ジクロロ-1,4-フェニレンが好ましく、2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレンは特に好ましい。

n は好ましくは、0、1または2、特に好ましくは1である。

基 Z^1 および基 Z^2 は同一または異なることがで

る。CH₃基が-O-、-CO-、-C=C-、-S-、-CH=CH-、-CH-ハロゲン-または-CHCN-により、特に-O-、-CO-または-C=C-により、置き換えられている。

本明細書に記載の式において、 R^1 および R^2 は好ましくは、アルキル、アルコキシまたはもう一種のオキサアルキル、さらにまた、 R^1 および R^2 は好ましくはアルキル基であって、この基中に存在する1個または2個以上のCH₃基が、2個のヘテロ原子は相互に直接に結合しないものとして、-O-、-CO-O-、-C=C-、-CH=CH-、-CH-ハロゲン-および-CHCN-から選ばれる基により、あるいは2個の適当な基の組合せにより置き換えられていてもよい基である。

基 R^1 および基 R^2 のうちの一つはまた、好ましくはハロゲンまたはCNである。ハロゲンはF、ClまたはBr、好ましくはFである。基 R^1 および基 R^2 のうちの一つがハロゲンまたはCNである場合に、 R^1 および R^2 は一緒に含せて、好ましくは4~16個のC原子、特に4~10個のC原子を有

する。

R^1 および R^2 がそれぞれ、C原子4～14個を有するアルキル基であり、この基中に存在する1個の CH_2 基がO原子により置き換えられていてもよい場合(「アルコキシ」または「オキサアルキル」)、あるいはこの基中に存在し、隣接していない2個の CH_2 基がO原子により置き換えられていてもよい場合(「アルコキシアルコキシ」または「ジオキサアルキル」)に、これらの基は直鎖状または分枝鎖状であることができる。好ましくは、これらの基は直鎖状であり、そしてC原子2, 3, 4, 5, 6または7個を有し、従って好ましくは、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ、ペントキシ、ヘキソキシ、またはヘプトキシであり、あるいはまた、メチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、メトキシ、オクチルオキシ、ノニルオキシ、デシルオキシ、ウンデシルオキシ、ドデ

存在する CH_2 基が-S-により置き換えられている場合に、この基は直鎖状または分枝鎖状であることができる。好ましくは、このチアアルキル基はC原子1～10個を有し、直鎖状であり、2-チアプロピル、2-または3-チアブチル、2-、3-または4-チアペンチル、2-、3-、4-または5-チアヘキシル、2-、3-、4-、5-または6-チアヘプチル、2-、3-、4-、5-、6-または7-チアオクチル、2-、3-、4-、5-、6-、7-または8-チアノニルあるいは2-、3-、4-、5-、6-、7-、8-または9-チアデシルである。

R^1 または R^2 がアルキル基であり、この基中に存在し、基 A^1 、基 A^2 および(または)基 A^3 に隣接している CH_2 基が-S-により置き換えられている場合に、この基は好ましくはメチルチオ、エチルチオ、プロピルチオ、ブチルチオ、ペンチルチオ、ヘキシルチオ、ヘプチルチオ、オクチルチオ、ノニルチオ、またはデシルチオであり、

シルオキシ、トリデシルオキシあるいはテトラデシルオキシであることができる。

オキサアルキルは好ましくは、直鎖状の2-オキサプロピル(=メトキシメチル)、2-(=エトキシメチル)または3-オキサブチル(=2-メトキシエチル)、2-、3-または4-オキサペンチル、2-、3-、4-または5-オキサヘキシル、2-、3-、4-、5-または6-オキサヘプチル、2-、3-、4-、5-、6-または7-オキサオクチル、2-、3-、4-、5-、6-、7-または8-オキサンニル、2-、3-、4-、5-、6-、7-、8-または9-オキサデシル、1,3-ジオキサブチル(=メトキシメトキシ)、1,3-、1,4-、2,4-ジオキサペンチル、1,3-、1,4-、1,5-、2,4-、2,5-または3,5-ジオキサヘキシルあるいは1,3-、1,4-、1,5-、1,6-、2,4-、2,5-、2,6-、3,5-、3,6-または4,6-ジオキサヘプチルである。

R^1 および R^2 がアルキル基であり、この基中に

このような基は特に好ましい。

R^1 および R^2 がアルキル基であり、この基中に存在する CH_2 基が $-CR^3=CR^4-$ により置き換えられている場合に、基 R^2 および基 R^1 は好ましくは、同一であり、そして水素である。このアルケニル基は直鎖状または分枝鎖状であることができる。好ましくは、このアルケニル基は直鎖状であり、C原子2～10個を有する。従って、この基は好ましくは、ビニル、プロプ-1-またはプロプ-2-エニル、ブト-1-、-2-または-3-エニル、ペント-1-、-2-、-3-または-4-エニル、ヘクス-1-、-2-、-3-、-4-または-5-エニル、ヘプト-1-、-2-、-3-、-4-、-5-または-6-エニル、オクト-1-、-2-、-3-、-4-、-5-、-6-または-7-エニル、ノン-1-、-2-、-3-、-4-、-5-、-6-、-7-または-8-エニルあるいはデク-1-、-2-、-3-、-4-、-5-、-6-、-7-、-8-または-9-エニルで

ある。

R^1 および R^2 がアルキル基であり、この基中に存在する CH_2 基が $-O-CO-$ または $-CO-O-$ により置き換えられている場合に、この基は直鎖状または分枝鎖状であることができる。好ましくは、この基は直鎖状であり、C原子2～6個を有する。従って、この基は、特にアセチルオキシ、プロピオニルオキシ、ブチリルオキシ、ペンタノイルオキシ、ヘキサノイルオキシ、アセチルオキシメチル、プロピオニルオキシメチル、ブチリルオキシメチル、ペンタノイルオキシメチル、2-アセチルオキシエチル、2-プロピオニルオキシエチル、2-ブチリルオキシエチル、3-アセチルオキシプロピル、3-プロピオニルオキシプロピル、4-アセチルオキシブチル、メトキシカルボニル、エトキシカルボニル、プロポキシカルボニル、ブトキシカルボニル、ペントキシカルボニル、メトキシカルボニルメチル、エトキシカルボニルメチル、プロポキシカルボニルメチル、ブトキシカルボニルメチル、

ロイルオキシオクタール、9-アクリロイルオキシノニル、10-アクリロイルオキシデシル、メタアクリロイルオキシメチル、2-メタアクリロイルオキシエチル、3-メタアクリロイルオキシプロピル、4-メタアクリロイルオキシブチル、5-メタアクリロイルオキシペンチル、6-メタアクリロイルオキシヘキシル、7-メタアクリロイルオキシヘプチル、8-メタアクリロイルオキシオクタールまたは9-メタアクリロイルオキシノニルである。

末端基置換基 R^1 および(または) R^2 が重合反応に適する基である、式Iで示される化合物は液晶重合体の製造に適している。

分枝鎖状末端基置換基 R^1 および(または) R^2 を有する式Iで示される化合物は、これらが慣用の液晶基材中で良好な溶解性を有することから、場合により重要であることがあるが、これらの化合物が光学活性である場合には、カイラルドーピング物質として特に重要であることができる。このタイプのスメクティック化合物は強誘

2-(メトキシカルボニル)エチル、2-(エトキシカルボニル)エチル、2-(プロポキシカルボニル)エチル、3-(メトキシカルボニル)プロピル、3-(エトキシカルボニル)プロピルおよび4-(メトキシカルボニル)ブチルである。

R^1 および R^2 がアルキル基であり、この基中に存在する CH_2 基が $-CR^3=CR^4-$ により置き換えられており、そして隣接している CH_2 基が $-CO-$ 、 $-O-CO-$ または $-CO-O-$ により置き換えられている場合に、 R^3 および R^4 は好ましくは、水素またはメチルである。

好ましくはこの(メタ)アクリロイルオキシアルキル基は直鎖状であり、C原子4～13個を有する。従って、この基は特に、アクリロイルオキシメチル、2-アクリロイルオキシエチル、3-アクリロイルオキシプロピル、4-アクリロイルオキシブチル、5-アクリロイルオキシペンチル、6-アクリロイルオキシヘキシル、7-アクリロイルオキシヘプチル、8-アクリ

電性材料の成分として適している。

この種の分枝鎖状基は一般に、1個より多くの鎖分枝を有していない。好適な分枝鎖状の R^1 および(または)基 R^2 はイソプロピル、2-ブチル(=1-メチルプロピル)、イソブチル(=2-メチルプロピル)、2-メチルブチル、イソペンチル(=3-メチルブチル)、2-メチルペンチル、3-メチルペンチル、2-エチルヘキシル、2-プロピルペンチル、イソプロポキシ、2-メチルプロポキシ、2-メチルブトキシ、3-メチルブトキシ、2-メチルペントキシ、3-メチルペントキシ、2-エチルヘキソキシ、1-メチルヘキソキシ、1-メチルヘプトキシ、2-オキサ-3-メチルブチル、3-オキサ-4-メチルペンチル、4-メチルヘキシル、2-ノニル、2-デシル、2-ドデシル、6-メチルオクトキシ、6-メチルオクタノイルオキシ、5-メチルヘプチルオキシカルボニル、2-メチルブチリルオキシ、3-メチルバレリルオキシ、4-メチルヘキサノイルオ

キシ、2-クロロプロピオニルオキシ、2-クロロ-3-メチルブチリルオキシ、2-クロロ-4-メチルバレリルオキシ、2-クロロ-3-メチルバレリルオキシ、2-メチル-3-オキサペンチル、2-メチル-3-オキサヘキシル、2-フルオロ-3-メチルバレリルオキシおよび2-フルオロ-3-メチルブトキシである。

R¹およびR²がアルキル基であり、この基中に存在する2個または3個以上のCH₂基が-O-および(または)-CO-O-により置き換えられている場合に、この基は直鎖状または分枝鎖状であることができる。好ましくは、この基は分枝鎖状であり、C原子3~12個を有する。従って、この基は特に、ビス-カルボキシ-メチル、2,2-ビス-カルボキシ-エチル、3,3-ビス-カルボキシ-プロピル、4,4-ビス-カルボキシ-ブチル、5,5-ビス-カルボキシ-ペンチル、6,6-ビス-カルボキシ-ヘキシル、7,7-ビス-カルボキシ-ヘプチル、8,8-ビス-カルボ

キシ-オクチル、9,9-ビス-カルボキシ-ノニル、10,10-ビス-カルボキシ-デシル、ビス-(メトキシカルボニル)-メチル、2,2-ビス-(メトキシカルボニル)-エチル、3,3-ビス-(メトキシカルボニル)-プロピル、4,4-ビス-(メトキシカルボニル)-ブチル、5,5-ビス-(メトキシカルボニル)-ペンチル、6,6-ビス-(メトキシカルボニル)-ヘキシル、7,7-ビス-(メトキシカルボニル)-ヘプチル、8,8-ビス-(メトキシカルボニル)-オクチル、ビス-(エトキシカルボニル)-メチル、2,2-ビス-(エトキシカルボニル)-エチル、3,3-ビス-(エトキシカルボニル)-プロピル、4,4-ビス-(エトキシカルボニル)-ブチルあるいは5,5-ビス-(エトキシカルボニル)-ペンチルである。

重縮合反応に適する末端基置換基R¹および(または)R²を有する式Iで示される化合物は液晶重縮合物の製造に適している。

式Iはこれらの化合物のラセミ体および光学

対掌体の両方、ならびにその混合物を包含するものとする。

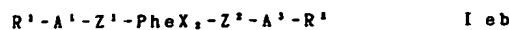
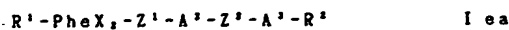
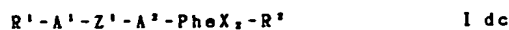
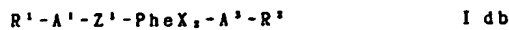
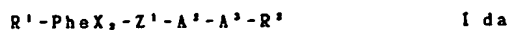
式Iおよび式Ia~Iiで示される化合物の中で、その分子中に含まれる基のうちの少なくとも一つが好ましいものとして前記にあげた意味のうちの一つを有する相当する化合物は好ましい化合物である。

部分式Ia~Ibで示される二核状化合物の中では、下記の部分式Iaa~Iaiで示される化合物および部分式Iba~Ibiで示される化合物が好ましい：

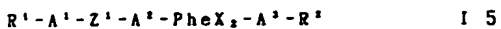
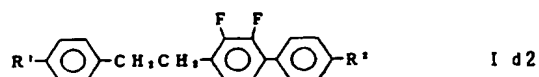
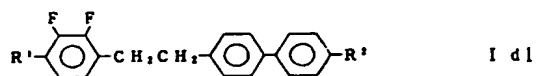
R ¹ -PheX ₂ -CH ₂ CH ₂ -Phe-R ²	I aa
R ¹ -PheX ₂ -CO-O-Phe-R ²	I ab
R ¹ -PheX ₂ -O-CO-Phe-R ²	I ac
R ¹ -PheX ₂ -C≡C-Phe-R ²	I ad
R ¹ -PheX ₂ -CH ₂ CH ₂ -Cyc-R ²	I ae
R ¹ -PheX ₂ -O-CO-Cyc-R ²	I af
R ¹ -PheX ₂ -C≡C-Cyc-R ²	I ag
R ¹ -PheX ₂ -CO-O-Cyc-R ²	I ah
R ¹ -PheX ₂ -CH ₂ CH ₂ -PheX-R ²	I ai
R ¹ -PheX ₂ -O-CO-PheX-R ²	I aj
R ¹ -PheX ₂ -O-CO-PheX-R ²	I ak
R ¹ -PheX ₂ -C≡C-PheX-R ²	I al
R ¹ -PheX ₂ -Cyc-R ²	I ba
R ¹ -PheX ₂ -Bco-R ²	I bb
R ¹ -PheX ₂ -Pyr-R ²	I bc
R ¹ -PheX ₂ -Pyd-R ²	I bd



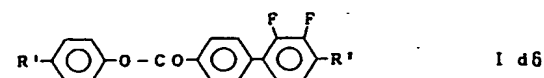
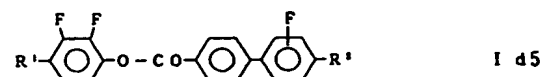
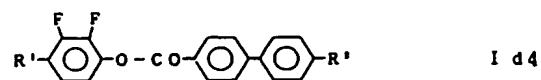
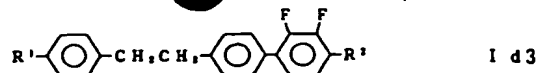
部分式 I c ~ I e で示される三核状化合物の中では、下記の部分式 I ca ~ I eb で示される化合物が好ましい：



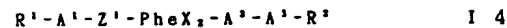
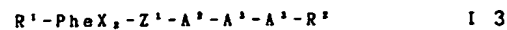
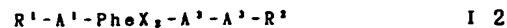
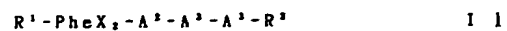
部分式 I da ~ I dc で示される好ましい化合物の中では、下記の部分式 I dl ~ I d6 で示される化合物が特に好ましい：



上記部分式 I aa ~ I 8 で示される化合物において、PheX₂は好ましくは、2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレンまたは2,3-ジクロロ-1,4-フェニレンである。部分式 I ca ~ I 8 で示される化合物中に存在する基 A¹、基 A²および基 A³は好ましくは、トランス-1,4-シクロヘキシレン(Cyc)、1,4-シクロヘキシレン(Che)、1,4-フェニレン(Phe)、1,4-ビスクロ[2.2.2]オクチレン(Bco)、2-または3-ハロゲン-1,4-フェニレン(PheX)、ジオキサ-2,5-ジイル(Dio)、ジチアン-2,5-ジイル(Dit)あるいはピリミジン-2,5-ジイル(Pyr)である。上記式で示される化合物において、1個または2個以上の基 CCN、Dio、Dit および(または)Pyrを有する相当する化合物はそれぞれ、2種の可能な2,5-(Dio、Dit、Pyr)位置異性体あるいは1,4-



部分式 I f ~ I k で示される四核状化合物の中では、下記の部分式 I 1 ~ I 8 で示される化合物が好ましい：



-(CCN)位置異性体を包含する。

その分子中に存在するPheX₂が2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレンまたは2,3-ジクロロ-1,4-フェニレンである後記の狭い群 I I ~ X VI で示される化合物は特に好ましい化合物である。

アルキルは好ましくは直鎖状のメチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニルまたはデシルであり、そしてオキサアルキルは好ましくは、直鎖状の2-オキサプロピル(=メトキシメチル)2-(=エトキシメチル)または3-オキサブチル(=2-メトキシエチル)、2-、3-または4-オキサペンチル、2-、3-、4-または5-オキサヘキシル、2-、3-、4-、5-または6-オキサヘプチル、2-、3-、4-、5-、6-または7-オキサオクチル、2-、3-、4-、5-、6-、7-または8-オキサンニルあるいは2-、3-、4-、5-、6-、7-、8-または9-オキサデシル

である。

アルコキシは好ましくは、直鎖状のメトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ、ペントキシ、ヘキソキシ、ヘプトキシ、オクタロキシ、ノニルオキシまたはデシルオキシである。

ハロゲン好ましくは塩素またはフッ素、特に好ましくはフッ素である。

II アルキル-PheX₂-Cyc-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-アルコキシ

アルキル-PheX₂-Cyc-CO-O-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-O-CO-アルキル

ハログノ-PheX₂-Cyc-アルキル

ニトリル-PheX₂-Cyc-アルキル

ハログノ-PheX₂-Cyc-CO-O-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-オキサアルキル

アルキル-PheX₂-CCN-アルキル

アルキル-PheX₂-Che-アルキル

III アルキル-PheX₂-Pyr-アルキル

ハログノ-PheX₂-Pyr-アルキル

ニトリル-PheX₂-Pyr-アルキル

ル

アルキル-PheX₂-Phe-Phe-Cyc-CN

アルキル-PheX₂-Cyc-Phe-Cyc-アルキル

ハログノ-PheX₂-Cyc-Phe-Cyc-アルキル

アルキル-Phe-Cyc-PheX₂-Cyc-アルキル

アルキル-PheX-Cyc-PheX₂-Cyc-アルキル

ニトリル-PheX-Cyc-PheX₂-Cyc-アルキル

ニトリル-Phe-Cyc-PheX₂-Cyc-CO-O-アルキル

VI アルキル-PheX₂-CO-O-Phe-アルキル

アルキル-PheX₂-CO-O-Phe-CN

アルキル-PheX₂-CO-O-Phe-SF₆

アルキル-PheX₂-O-CO-Phe-アルキル

アルキル-PheX₂-O-CO-Phe-アルコキシ

IV アルキル-PheX₂-Cyc-Phe-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-Phe-アルコキシ

ハログノ-PheX₂-Cyc-Phe-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-Phe-CO-O-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-Phe-O-CO-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-Phe-CN

アルキル-PheX₂-Cyc-PheX-CN

アルキル-PheX₂-Phe-Cyc-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-Cyc-アルキル

アルキル-PheX₂-Cyc-Cyc-CN

ハログノ-PheX₂-Cyc-Cyc-アルキル

アルキル-Phe-PheX₂-Cyc-アルキル

アルキル-Phe-PheX₂-Cyc-CO-O-アルキル

V ニトリル-Phe-PheX₂-Cyc-アルキル

アルキル-PheX-PheX₂-Cyc-アルキル

V アルキル-PheX₂-Phe-Phe-Cyc-アルキル

アルキル-PheX₂-CH₂CH₂-Phe-アルキル

アルキル-PheX₂-CH₂CH₂-Phe-CN

ハログノ-PheX₂-CH₂CH₂-Phe-アルキル

アルキル-PheX₂-CH₂CH₂-Phe-アルコキシ

アルキル-PheX₂-CH₂CH₂-Phe-アルキル

ハログノ-PheX₂-O-CO-Phe-アルキル

VII アルキル-PheX₂-CH₂CH₂-PheX-CN

ハログノ-PheX₂-CH₂CH₂-PheX-CN

アルキル-PheX₂-CO-O-PheX-アルキル

アルキル-PheX₂-O-CO-PheX-アルキル

VIII アルキル-PheX₂-CO-O-Cyc-アルキル

アルキル-PheX₂-O-CO-Cyc-アルキル

ハログノ-PheX₂-O-CO-Cyc-アルキル

アルキル-PheX₂-CH₂CH₂-Cyc-アルキル

アルキル - Phex, - CH₂CH₂ - Dio - アルキル

$$\text{アルキル} - \text{Phex}_2 - \text{CO} - \text{O} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{アルキル}$$

アルキル - Phex₃ - CO - O - Ph - Ph - アル
コキシ

$$\text{アルキル} - \text{Phex}_2 - \text{O} - \text{CO} - \text{Ph} - \text{Ph} - \text{アルキル}$$
$$\text{アルキル}-\text{PheX}_2-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Phe}-\text{Phe}-\text{アルキル}$$

ハロゲン- $\text{PheX}_2-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Phe}-\text{Phe}-\text{ア
ルキル}$

ハ ロ ゲ ノ - Phex_2 - O - CO - Ph - Ph - アル
キル

ニトリル - PheX_2 - $\text{CO}-\text{O}-\text{Phe}-\text{Phe}-\text{アル}$
キル

$$\text{アルキル} - \text{PheX}_2 - \text{CH}_2\text{CH}_2 - \text{Phe} - \text{Phe} - \text{CN}$$

アルキル-PheX₂-CH₂CH₂-Phe-Phe→ハ

ニトリル - Phex₂ - CO - O - Phc - Cyc - アル
キル

アルキル - Phex₂ - O - CO - Phc - Cyc - アル
キル

アルキル - Phex₂ - O - CO - Cyc - Phex - アル
キル

ハロゲン - PheX₂ - O - CO - Cyc - Phe - アル
キル

II アルキル - PheX₂ - CO - O - Cyc - Cyc - アル
キル

アルキル - PheX₂ - O - CO - Cyc - Cyc - アル
キル

ハロゲン - PheX₂ - O - CO - Cyc - Cyc - アル
キル

アルキル-PheX, -CH₂CH₂-Cyc-Cyc-アルキル

アルキル - PheX₂ - CH₂CH₂ - Cyc - CCN - アルキル

Ⅺ アルキル- Phex_2 - CH_2CH_2 -Pyd-Phc-ア
ルコキシ

ロゼン

アルコキシ- $\text{PheX}_2-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Phe}-\text{Phe}-$
ハロゲン

$$\text{アルコキシ}-\text{PheX}_2-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Phe}-\text{Phe}-\text{CN}$$

アルコキシ- PheX , $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$, Phe-Phe-
アルキル

ニトリル- $\text{PheX}_2-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Phe}-\text{Phe}-\text{アルキル}$

X アルキル - PheX₂ - CO - O - Cyc - Phe - アル
キル

アルキル - PheX_2 - CO-O-Phe-Cyc - アル
キル

ハロゲン - PheX₂ - CO - O - Phe - Cyc - アル
キル

ハロゲン - PheX₂ - O - CO - Cyc - Phe - アル
キル

$$\text{アルキル}-\text{PheX}_2-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Phe}-\text{Cyc}-\text{アルキル}$$

アルキル - $\text{PheX}_2 - \text{CH}_2\text{CH}_2 - \text{Phe} - \text{Cyc} - \text{CN}$

アルキル - Phex₂ - CO - O - Ph - Pyd - アル
キル

II アルキル - Phe - CO - O - PheX₂ - Phe - アル
キル

$$\text{アルキル}-\text{Phe}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{PheX}_2-\text{Phe}-\text{アルキル}$$

ハロゲン - Phe - CO - O - PheX₂ - Phe - アル
キル

ハログノ - Phe - O - CO - PheX₂ - Phe - アル
キル

アルキル - Cyc - CH₂CH₂ - PhX₂ - Ph - アルキル

アルキル - Phe - CH₂CH₂ - PheX₃ - Cyc - アルキル

アルキル-Cyc-CH₂CH₂-PhX₂-Cyc-アルキル

アルキル - Phe - CH₂CH₂ - PheX₂ - Phe - アル
コキシ

アルキル - Phe - CH₂CH₂ - PheX - Phe - CN
アルキル - Phe - CH₂CH₂ - PheX - Phe - ハ

ロゲン

アルコキシ-Phe-CH₂CH₂-PheX₂-Phe-
ハロゲンアルコキシ-Phe-CH₂CH₂-PheX₂-Phe-
CNアルコキシ-Phe-CH₂CH₂-PheX₂-Phe-
アルキルニトリル-Phe-CH₂CH₂-PheX₂-Phe-ア
ルキルI Ⅱ アルキル-PheX₂-Phe-CO-O-Phe-ハロ
ゲノアルキル-PheX₂-Phe-CO-O-Phe-アル
キルアルキル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ア
ルキルアルキル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Cyc-ア
ルキルアルキル-PheX₂-Cyc-CH₂CH₂-Phe-ア
ルキルアルキル-PheX₂-Cyc-CH₂CH₂-Cyc-アハロゲノ-PheX₂-CO-O-Phe-O-CO-
Phe-アルキルアルキル-PheX₂-CO-O-Phe-O-CO-
Phe-アルキルアルキル-Phe-CO-O-PheX₂-O-CO-
Phe-アルキルハロゲノ-Phe-CO-O-PheX₂-O-CO-
Phe-アルキルハロゲノ-Phe-CO-O-PheX₂-OCO-Cyc-
アルキルアルキル-Phe-CO-O-PheX₂-OCO-Cyc-
アルキルハロゲノ-PheX₂-OCH₂-Cyc-Cyc-アル
キルハロゲノ-PheX₂-OCH₂-Cyc-CH₂CH₂-
Cyc-アルキルアルコキシ-PheX₂-OCH₂-Cyc-CH₂CH₂-
Phe-アルキルアルコキシ-PheX₂-OCH₂-Phe-CH₂CH₂-
Phe-アルキル

ルキル

アルキル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ア
ルキルアルキル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ハ
ロゲンアルキル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-CNアルキル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ア
ルコキシニトリル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ア
ルコキシハロゲン-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ア
ルコキシハロゲン-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ア
ルキルニトリル-PheX₂-Phe-CH₂CH₂-Phe-ア
ルキルI Ⅰ アルキル-PheX₂-CO-O-Phe-CO-O-
Phe-アルキルハロゲノ-PheX₂-CO-O-Phe-CO-O-
Phe-アルキルアルコキシ-PheX₂-OCH₂-Phe-CO-O-
Phe-アルキルアルコキシ-PheX₂-OCH₂-Cyc-CO-O-
Phe-アルキルアルコキシ-PheX₂-OCH₂-Cyc-CH₂CH₂-
Cyc-アルキル

式 I で示される化合物は文献〔たとえば Houben-Weyl による Methoden der Organischen Chemie (Georg-Thieme 出版社、Stuttgart 市) のような標準的学術書〕に記載されているようなそれ自体既知の方法により、特に、あげられている反応に通ずる既知の反応条件の下で製造される。これらの反応において、それ自体既知であって、ここでは詳細に説明されていない変法も使用することもできる。

所望により、原料化合物はまた、これらを反応混合物から単離せずに、直ちにさらに反応させて、式 I で示される化合物を生成するようにして、その場で生成させることができる。

式 I において、基 A¹、基 A² または基 A³ のうち

の一つが2,3-ジフルオロ-1,4-フェニレンである相当する化合物は原料として1,2-ジフルオロベンゼンを使用して得ることができる。

この場合に、1,2-ジフルオロベンゼンを既知の方法〔たとえば、A. M. Roe等によるJ. Chem. Soc. Chem. Comm., 22, 582頁(1965年)に記載に方法〕によって金属化し、生成物を相当する求電子性化合物と反応させる。このようにして得られる1-置換2,3-ジフルオロベンゼンに対してこの一連の反応をもう一度行なうことができ、この方法で、式Iで示される1,4-ジ置換2,3-ジフルオロベンゼン誘導体が得られる。1,2-ジフルオロベンゼンまたは1-置換2,3-ジフルオロベンゼンは不活性溶媒、たとえばジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジメトキシエタン、tert-ブチルメチルエーテルまたはジオキサン、あるいはヘキサン、ヘプタン、シクロヘキサン、ベンゼンまたはトルエンのような炭化水素、あるいはこれらの溶媒の混合物中で、所望により、テトラメチルエ

オロフェニル化合物(DE OS 3736489参照)が特に適している。

式Iで示される化合物は式Iにおいて、H原子の代りに、1個または2個以上の還元可能な基および(または)C-C結合を有する相当する化合物を還元することにより製造することができる。

好ましくは使用できる還元可能な基はカルボニル基、特にケト基、さらにまた、たとえば遊離のまたはエステル化されているヒドロキシル基、芳香族に結合しているハロゲン原子である。還元に適する原料化合物は式Iにおいて、シクロヘキサン環の代りに、シクロヘキセン環またはシクロヘキサノン環を有することができ、そして(または)-CH₂CH₂-基の代りに-CH=CH-基を有することができ、そして(または)-CH₂-基の代りに-CO-基を含有でき、そして(または)H原子の代りに遊離のまたは官能性に変えられている(たとえばそのp-トルエンスルホネートの形の)OHを有することができる相当する化合物

チレンジアミンまたはヘキサメチルリン酸トリアミドなどの錯化剤を添加して、-100℃〜+50℃、好ましくは-78℃〜0℃の温度において、フェニルリチウム、リチウムテトラメチルピペリジンあるいはn-, sec-またはtert-ブチルリチウムと反応させる。

リチウム-2,3-ジフルオロフェニル化合物は-100℃〜0℃、好ましくは-50℃で、相当する求電子性化合物と反応させる。適当な求電子性化合物はアルデヒド化合物、ケトン化合物、ニトリル化合物、エポキシド化合物、カルボン酸誘導体(たとえばエステル、無水物またはハライド)、ハロゲン酸エステル化合物あるいは二酸化炭素である。

脂肪酸または芳香族のハロゲン化合物と反応させる場合には、リチウム-2,3-ジフルオロフェニル化合物を金属交換し、生成物を遷移金属触媒の存在の下で、結合させる。この目的にはアエン-2,3-ジフルオロフェニル化合物(DE OS 3632410参照)またはチタン-2,3-ジフル

である。

還元は、たとえば約0°〜約200°の温度で、約1〜200バールの圧力下に、不活性溶媒、たとえばメタノール、エタノールまたはイソプロパノールのようなアルコール、テトラヒドロフラン(THF)またはジオキサンのようなエーテル、酢酸エチルのようなエステル、酢酸のようなカルボン酸あるいはシクロヘキサンのような炭化水素中で接触水素添加により、行なうことができる。適当な触媒は有利には、PtまたはPdのような貴金属であり、これらは酸化物の形で(たとえばPtO₂またはPdO)、支持体上で(たとえば木炭、炭酸カルシウムまたは炭酸ストロンチウム上のPd)、あるいは微粉砕された形で使用することができる。

ケトン化合物はまた、Clemmensenの方法(この方法では、アエン、アエンアマルガムまたはスズと塩酸とを、有利には水性-アルコール性溶液中または水/トリエンを用いる不均質相系中で、約80〜120°の温度で使用する)、あるいは

はWolff-Kishnerの方法(この方法では、ヒドラジン、有利にはROHまたはNaOHのようなアルカリの存在の下で、ジエチレングリコールまたはトリエチレングリコールのような高沸点溶媒中において、約100~200°の温度において使用する)により還元でき、アルキル基および(または)-CH₂CH₂-架橋を有する式Iで示される相当する化合物を生成することができる。

複合水素物を用いる還元もまた使用できる。一例として、アリアルスルホニルオキシ基はLiAlH₄を用いる還元により分離でき、そして特に、p-トルエンスルホニルオキシメチル基は、有利にはジエチルエーテルまたはTHFのような不活性溶媒中で、約0~100°の温度において、メチル基に還元することができる。二重結合は(CN基が存在していても)、メタノール中でNaBH₄またはトリブチルスズ水素化物を用いて水素添加することができる。

式Iで示されるエステル化合物はまた、相当するカルボン酸化合物(またはそれらの反応性

ミドのようなアミド、ベンゼン、トルエン、またはキシレンのような炭化水素、四塩化炭素またはテトラクロロエチレンのようなハロゲン炭化水素、ジメチルスルホキシドまたはスルホランのようなスルホキシドである。水不混和性溶媒を同時に有利に使用でき、これによりエステル化中に生成された水を共沸蒸留により留去することができる。場合により、エステル化用溶媒として、過剰の有機塩基、たとえばピリジン、キノリンまたはトリエチルアミンを使用することもできる。エステル化はまた溶媒の不存在下に、たとえば反応成分を酢酸ナトリウムの存在の下で単独に加熱することにより行なうこともできる。反応温度は通常、-50~+250°好ましくは-20°~+80°である。これらの温度で、エステル化反応は一般の15分~48時間に完了する。

詳細には、エステル化の反応条件はほとんど使用する原料物質の種類に依存する。すなわち、遊離カルボン酸は遊離アルコールまたはフェノ

誘導体)をアルコールまたはフェノール化合物(あるいはそれらの反応性誘導体)でエステル化することにより得ることができる。

前記カルボン酸化合物の特に適当な反応性誘導体は酸ハライド化合物、中でもクロライド化合物およびプロマイド化合物、およびまた酸無水物、たとえば混合酸無水物、アジド化合物あるいはエステル化合物、特にアルキル基にC原子1~4個を有するアルキルエステル化合物である。

前記アルコールまたフェノール化合物の使用できる反応性誘導体は、特にNaまたKのようなアルカリ金属の相当する金属アルコレートまたは金属フェノレートである。

エステル化は有利には、不活性溶媒の存在の下で行なう。特に好適な溶媒はジエチルエーテル、ジ-n-ブチルエーテル、THF、ジオキサンまたはアニソールのようなエーテル、アセトン、ブタノンまたはシクロヘキサノンのようなケトン、DMFまたはリン酸ヘキサメチルトリア

ールと一般に強酸、たとえば塩酸または硫酸のような鉱酸の存在下に反応させる。好適な反応方法は酸無水物、または特に酸クロライドをアルコールと、好ましくは塩基性媒質中で反応させる方法であり、この場合に塩基としては、水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムのようなアルカリ金属水酸化物、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウムまたは炭酸水素カリウムのようなアルカリ金属の炭酸塩あるいは炭酸水素塩、酢酸ナトリウムまたは酢酸カリウムのようなアルカリ金属酢酸塩、水酸化カルシウムのようなアルカリ土類金属水酸化物、あるいはトリエチルアミン、ピリジン、ルチジン、コリジンまたはキノリンのような有機塩基が特に重要である。もう一つの好適なエステル化方法は上記のアルコールまたはフェノールを先ずたとえば水酸化ナトリウムまず水酸化カリウムのエタノール溶液で処理することによりナトリウムアルコレートまたはナトリウムフェノレートあるいはカリウムアルコレートまたはカリウ

ムフェノレートに変換し、このアルコレートまたはフェノートを単離し、次いでアセトン中またはジエチルエーテル中に炭酸水素ナトリウムまたは炭酸カリウムとともに、攪拌しながら懸濁し、この懸濁液にジエチルエーテル、アセトンまたはDMF中の酸クロライドまたは酸無水物の溶液を、有利には約 $-25^{\circ}\sim+20^{\circ}$ の温度で加えることよりなる方法である。

式Iで示されるニトリル化合物(式中、 R^1 および(または) R^2 はCNであり、そして(または)式中、 A^1 、 A^2 および(または) A^3 は少なくとも1個のCN基により置換されている)を製造するためには、相当する酸アミド化合物、たとえば基XがCONH₂基により置き換えられている相当する化合物を脱水させることができる。このアミド化合物は、たとえば相当するエステル化合物または酸ハライド化合物からアンモニアとの反応により得られる。適当な脱水剤の例には、 $SOCl_2$ 、 PCl_2 、 PCl_3 、 $POCl_3$ 、 SO_2Cl_2 または $COCl_2$ のような無機酸クロリドおよびまた P_2O_5 、

または $-CH_3O$ -基である)は相当するヒドロキシル化合物、好ましくは相当するフェノール化合物のエーテル化により得ることができる。ヒドロキシル化合物は有利には先ず、相当する金属誘導体に、たとえば NaH 、 H_2NH_2 、 $NaOH$ 、 KOH 、 Na_2CO_3 または K_2CO_3 で処理することにより相当するアルカリ金属アルコレート化合物またはアルカリ金属フェノレート化合物に変換する。この誘導体は次いで相当するアルキルハライド、アルキルスルホネートまたはジアルキルスルフェート化合物と、有利にはアセトン、1,2-ジメトキシエタン、ジメチルホルムアミドまたはジメチルスルホキシドなどの不活性溶媒中で、あるいはまた過剰の水性または水性-アルコール性 $NaOH$ または KOH 中で、約 $20^{\circ}\sim100^{\circ}$ の温度において反応させることができる。

式Iで示されるニトリル化合物(式中、 R^1 および(または) R^2 はHCNであり、そして(あるいは)式中、 A^1 、 A^2 および(または) A^3 は少なくとも1個のCN基で置換されている)を製造するために

P_2S_5 、 $AlCl_3$ (この化合物は、たとえば $NaCl$ との複合化合物として使用する)、芳香族のスルホン酸およびスルホン酸ハライドがある。この反応は不活性溶媒の存在下または不存在下に、約 $0^{\circ}\sim150^{\circ}$ の温度で行なうことができる。使用できる溶媒の例には、ピリジンまたはトリエチルアミンのような塩基、ベンゼン、トルエンまたはキシレンのような芳香族炭化水素、あるいはDMFのようなアミドがある。

式Iで示される前記ニトリル化合物を製造するためには、また相当する酸ハライド化合物、好ましくはクロライドをスルファミドと、有利にはテトラメチレンスルホンのような不活性溶媒中で、約 $80^{\circ}\sim150^{\circ}$ の温度、好ましくは 120° において反応させることができる。通常の方法で仕上げ処理した後に、ニトリル化合物を直接に単離することができる。

式Iで示されるエーテル化合物(式中、 R^1 および(または) R^2 はアルコキシ基であり、そして(または)式中、 Z^1 および(または) Z^2 は $-OCH_3$ ま

は、また式Iで示される相当する塩素化合物または臭素化合物(式中、 R^1 および(または) R^2 は HCN または Br であり、そして(あるいは)式中、 A^1 、 A^2 および(または) A^3 は少なくとも1個の Cl 原子または Br 原子により置換されている)をシアニド化合物、有利には $NaCN$ 、 KCN または $Cu_2(CN)_2$ のような金属シアニドと、たとえばピリジンの存在の下で、ジメチルホルムアミドまたはN-メチルピロリドンのような不活性溶媒中において、 $20^{\circ}\sim200^{\circ}$ の温度で反応させることができる。

式Iにおいて、 R^1 または R^2 が F 、 Cl 、 Br あるいは CN である相当する化合物はまた、相当するジアゾニウム塩化合物から、そのジアゾニウム基をフッ素原子、塩素原子、臭素原子あるいは CN 基により、たとえばSchlemannまたはSandmeyerの方法によって、置き換えることにより得ることができる。

このジアゾニウム塩化合物は、たとえば式Iにおいて、基 R^1 および(または)基 R^2 の代りに1

ジアゾニウム基をフッ素で置き換えるためには、化合物を無水フッ化水素酸中でジアゾ化し、次いで加熱するか、あるいは化合物を四フッ素化ホウ酸と反応させて、ジアゾニウムテトラフルオボレートを生じさせ、この化合物を次いで加熱により分解させることができる。

式 I において、R¹またはR²がSF₅である相当する化合物はDE-OS 3721268に従い製造することができる。式 I において、R¹またはR²が-NCSである相当するイソチオシアネート化合物はDE-OS 3711510に従い製造される。式 I において、

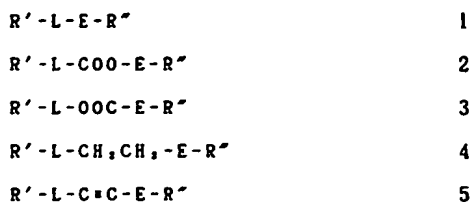
トラン化合物およびアルキン化合物〔式Ⅰにおいて、 R^1 および（または） R^2 はアルキル基であり、この基中に存在する１個または２個以上の CN 基は $-C\equiv C-$ により置き換えられており、そして（あるいは） Z^1 および（または） Z^2 は $-C\equiv C-$ である〕は、たとえば相当するハロゲン化合物を塩基性溶媒中で、遷移金属触媒の存在の下で、アセチリドと反応させることにより、製造される。この場合に、パラジウム触媒が好ましく使用でき、特に、ビスー（トリフェニルホスフィン）パラジウム（Ⅱ）クロライドとヨウ化銅との混合物を溶媒としてのピペリジン中で好ましく使用することができる。

本発明による液晶相は、本発明による化合物の一種または二種以上に加えて、好ましくはさらに別の成分として、2~40種、特に4~30種の成分を含有する。これらの相は特に好ましく

ヘキシルシクロヘキセン化合物、シクロヘキシ
ルシクロヘキシルシクロヘキセン化合物、1,4
-ビス-シクロヘキシルベンゼン化合物、4,4'
-ビス-シクロヘキシルビフェニル化合物、フ
エニル-またはシクロヘキシル-ピリミジン化
合物、フェニル-またはシクロヘキシル-ピリ
ジン化合物、フェニル-またはシクロヘキシル
-ジオキサン化合物、フェニル-またはシクロ
ヘキシル-1,3-ジチアン化合物、1,2-ジフェ
ニルエタン化合物、1,2-ジシクロヘキシルエ
タン化合物、1-フェニル-2-シクロヘキシ
ルエタン化合物、1-シクロヘキシル-2-
(4-フェニルシクロヘキシル)-エタン化
合物、1-シクロヘキシル-2-ビフェニルエ
タン化合物、1-フェニル-2-シクロヘキシ
ルフェニルエタン化合物、場合によりハロゲン
化されているステルベン化合物、ベンジルフ
エニルエーテル化合物、トラン化合物および置換
されているケイ皮酸化合物の群からの物質から
選択される。これらの化合物中に存在する1,4

フェニレン基はまた、フッ素化されていることができる。

本発明による相の別種の成分として通ずる最も重要な化合物は次式1、2、3、4および5で示すことができる特徴を有する：



式1、式2、式3、式4および式5において、LおよびEは同一または異なることができ、相互に独立して、それぞれ、-Phe-、-Cyc-、-Phe-Phe-、-Phe-Cyc-、-Cyc-Cyc-、-Pyr-、-Dio-、-G-Phe-および-G-Cyc-ならびにそれらの鏡像基からなる群からの二価の基であり、Pheは1,4-フェニレンであり（この基は非置換であるか、またはフッ素で置換されている）、Cycはトランス-1,4-シクロヘキシレンまたは1,4-シクロヘキセニレンであり、Pheはピリミジン-2,5-

ジイルまたはピリジン-2,5-ジイルであり、Dioは1,3-ジオキサン-2,5-ジイルであり、そしてGは2-(トランス-1,4-シクロヘキシル)-エチル、ピリミジン-2,5-ジイル、ピリジン-2,5-ジイルまたは1,3-ジオキサン-2,5-ジイルである。

好ましくは、基Lおよび基Eのうちの一つはCyc、PheまたはPyrである。Eは好ましくは、Cyc、PheまたはPhe-Cycである。

本発明による相は、好ましくは、式1、2、3、4および5において、その分子中に存在する基Lおよび基EがCyc、PheおよびPyrからなる群から選ばれる相当する化合物から選択される成分の一種または二種以上と、同時に、式1、2、3、4および5において、その分子中に存在する基Lおよび基Eのうちの一つがCyc、PheおよびPyrからなる群から選ばれ、そして基Lおよび基Eのうちの他の一つが-Phe-Phe-、-Phe-Cyc-、-Cyc-Cyc-、-G-Phe-および-G-Cyc-からなる群から選ばれる相当する化合物から選

択される成分の一種または二種以上および場合により、式1、2、3、4および5において、その分子中に存在する基Lおよび基Eが-Phe-Cyc-、-Cyc-Cyc-、-G-Phe-および-G-Cyc-からなる群から選ばれる相当する化合物から選択される成分の一種または二種以上を含有する。

部分式1a、2a、3a、4aおよび5aで示される化合物においては、R'およびR''は相互に独立して、それぞれ、8個までの炭素原子を有するアルキル、アルケニル、アルコキシ、アルケニルオキシまたはアルカノイルオキシである。これらの化合物の大部分の場合に、R'およびR''は相互に異なり、これらの基の一つは、通常、アルキルまたはアルケニルである。部分式1b、2b、3b、4bおよび5bで示される化合物においては、R''は-CN、-CF₃、F、Clまたは-NCSであり、この場合に、R'は部分式1a～5aで示される化合物について前記した意味を有し、好ましくはアルキルまたはアルケニルである。しかしながら式1、2、3、4お

よび5で示される化合物において包含されるその他の種々の置換基はまた使用することができる。かなりのこのような物質またはその混合物さえも、市販されている。これらの物質の全部は文献から既知の方法によりまたはその類似方法により得ることができる。

本発明による相は、化合物1a、2a、3a、4aおよび5aからなる群(群1)からの成分に加えて、好ましくは化合物1b、2b、3b、4bおよび5bからなる群(群2)からの成分を含有し、その割合は好ましくは下記のとおりである：

群1：20～90%、特に、30～90%

群2：10～80%、特に、10～50%

そして本発明による化合物と群1および群2からの化合物との割合の合計は100%までである。

本発明による相は好ましくは、本発明による化合物を1～40%特に好ましくは、5～30%含有する。本発明による化合物を40%より多い量、特に45～90%の量で含有する相はまた、好まし

い本発明による相は好ましくは三種、四種または五種の本発明による化合物を含有する。

本発明による相はそれ自体慣用の方法で調製される。一般に、諸成分を相互に、好ましくは高められた温度で溶解させる。本発明による液晶相は適当な添加剤を使用することにより、これらを従来開示されているタイプの全部の液晶表示素子で使用するように変性することができる。

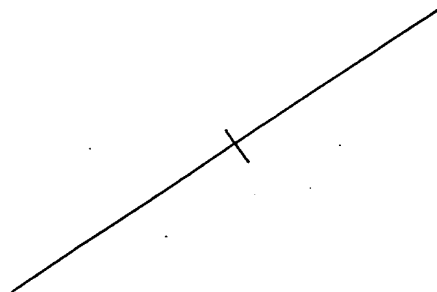
このような添加剤は当業者にとって既知であり、文献(H. Kelker/R. HatzによるHandbook of Liquid Crystals, Verlag Chemie, Weinheim, 1980年)に詳細に記載されている。たとえば、着色ゲスト-ホスト系を生成するために多色性染料を添加でき、あるいは誘電異方性、粘度および(または)ネマティック相の配向を変えるための物質を添加することができる。

次例は本発明を制限することなく、説明するためのものである。m. p. = 融点であり、c. p. = 透明点である。本明細書全体を通して、パー

センテージは重量によるパーセンテージである。全ての温度は摂氏度で示すものである。

「慣常の方法で仕上げる」の用語は次の意味を有するものとする：水を加え、混合物を塩化メチレンで抽出し、有機相を分離し、乾燥させ、次いで蒸発させ、生成物を結晶化および(または)クロマトグラフィにより精製する。

さらにまた、略語は次の意味を有するものとする：C：結晶-固体状態、S：スメクティック相(インデックス相のタイプの特徴を示す)、N：ネマティック状態、Ch：コレステリック相、I：等方性相。二種の記号間の数字は転移温度を摂氏度で示すものである。



例 1

ジシクロヘキシルカルボジイミド10ミリモルとトルエン15.5mlとの混合物を、p-ベンチル安息香酸10ミリモル、2,3,4-トリフルオロフェノール10ミリモル(この化合物は文献：A. M. Roe等によるChem. Comm. 1965, 582頁に従い、1,2,3-トリフルオロベンゼンから、例2と同様に-50℃でn-ブチルリチウムによりメタレート化し、次いで大気中酸素により酸素付与することにより製造される)、4-ジメチルアミノピリジン1ミリモルおよびトルエン15.0mlの混合物に加える。混合物を室温で4時間攪拌した後に、シュウ酸20mgを加え、混合物をさらに30分間攪拌する。慣用の方法で仕上げ、2,3,4-トリフルオロフェニル、p-ベンチルベンゾエートを得る。

例 2

n-ブチルリチウムのヘキサン/テトラヒドロフラン(1:1)中の0.8モル溶液12.5mlを-78℃で、1,2,3-トリフルオロベンゼン10ミ

リモルをテトラヒドロフラン5mlとの混合物に加える。反応混合物を-50℃まで温め、7時間攪拌する。無水気体状二酸化炭素を導入し、酸性にし、次いで慣用の方法で仕上げ処理した後に得られたカルボン酸生成物を例14と同様にして、トランス-4-ベンチルシクロヘキサノールで処理する。慣用の方法で仕上げ処理し、トランス-4-ベンチルシクロヘキシル2,3,4-トリフルオロベンゾエートを得る。

例 3

1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-プロピルシクロヘキス-1-エン10ミリモル(この化合物は2,3,4-トリフルオロフェニルリチウムおよび4-プロピルシクロヘキサノンから、引続くp-トルエンスルホン酸による脱水の後に製造される)、活性炭上パラジウム(1%) 0.1gおよびトルエン15mlの混合物を室温で飽和するまで水素添加する。濾過し、溶媒を除去した後に、残留物をジメチルスルホキシド15mlに溶解し、カリウムtert-ブタノレート1.2gを加

え、混合物を室温で2時間攪拌する。酸性にし、慣用の方法で仕上げ、トランス-1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-プロピルシクロヘキサンを得る。

同様にして、下記の化合物を製造する：

トランス-1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-エチルシクロヘキサン

トランス-1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-ブチルシクロヘキサン

トランス-1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-ペンチルシクロヘキサン

トランス-1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-ヘキシルシクロヘキサン

トランス-1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-ヘプチルシクロヘキサン

トランス-1-(2,3,4-トリフルオロフェニル)-4-オクチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-プロピル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-エチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-プロピル-2,3-ジフル

オロフェニル)-4-ヘキシルシクロヘキサン

トランス-1-(4-ペンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘプチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-ペンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-オクチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-エチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-プロピルシクロヘキサン

トランス-1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ブチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ペンチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘキシルシクロヘキサン

トランス-1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘプチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-オクチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-オクチルオキシ-2,3-

オロフェニル)-4-プロピルシクロヘキサ

トランス-1-(4-プロピル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ブチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-プロピル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ペンチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-プロピル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘキシルシクロヘキサン

トランス-1-(4-プロピル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘプチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-プロピル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-オクチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-ペンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-エチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-ペンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-プロピルシクロヘキサン

トランス-1-(4-ペンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ブチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-ペンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ペンチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-ペンチル-2,3-ジフル

ジフルオロフェニル)-4-エチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-プロピルシクロヘキサン

トランス-1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ブチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ペンチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘキシルシクロヘキサン

トランス-1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘプチルシクロヘキサン

トランス-1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-オクチルシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(4-ベンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-エチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(4-ベンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-プロピルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(4-ベンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ブチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(4-ベンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ペンチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(4-ベンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘキシルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(4-ベンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘプチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(4-ベンチル-2,3-ジフルオロフェニル)-4-オクチルビシ

液125mlを-78℃で、2,3-ジフルオロフェニール0.2モル、テトラメチルエチレンジアミン0.2モルおよびテトラヒドロフラン400mlの混合物に加え、混合物を-60℃で2時間攪拌する。この混合物に、N-ホルミルピペリジン0.2モルとテトラヒドロフラン20mlとの混合物を滴下して加える。-20℃まで温め、次いで慣用の方法で仕上げ処理した後に、標題のアルデヒド化合物が無色固形物として得られる、m. p.: 70℃。

b) 4-エトキシ-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

ヒドロキシルアミン-O-スルホン酸0.12モルと水50mlとの混合物を30℃で、4-エトキシ-2,3-ジフルオロベンズアルデヒド0.1モルと水100mlとの混合物に加え、混合物を1時間攪拌する。65℃で2時間加熱し、次いで慣用の方法で仕上げ処理した後に、標題のニトリル化合物が無色固形物として得られる、m. p.: 45℃。

クロヘキサン

トランス-トランス-4'-(2,3-ジフルオロフェニル)-4-エチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(2,3-ジフルオロフェニル)-4-プロピルビシクロヘキサン、
C 41° S, 81° N 96.4° I

トランス-トランス-4'-(2,3-ジフルオロフェニル)-4-ブチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(2,3-ジフルオロフェニル)-4-ペンチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘキシルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(2,3-ジフルオロフェニル)-4-ヘプチルビシクロヘキサン

トランス-トランス-4'-(2,3-ジフルオロフェニル)-4-オクチルビシクロヘキサン

例 4

a) 4-エトキシ-2,3-ジフルオロベンズアルデヒド

n-ブチルリチウムの0.2モル、ヘキサン溶

c) 2,3-ジフルオロ-4-シアノフェノール

4-エトキシ-2,3-ジフルオロベンゾニトリル0.1モルと塩化アルミニウム0.12モルとトルエン150mlとの混合物を2時間、加熱沸とうさせる。慣用の方法で仕上げ、標題のフェノール化合物を無色固形物として得る、m. p.: 145℃。

例 5

ジシクロヘキシルカルボジイミド0.11モルとトルエン20mlとの混合物を、p-ベンチル安息香酸0.1モル、2,3-ジフルオロ-4-シアノフェノール0.1モル(この化合物は例4に従い製造される)、4-N,N-ジメチルアミノピリジン1.5gおよびトルエン200mlの混合物に加える。混合物を室温で4時間攪拌した後に、シュウ酸0.4gを加え、攪拌をさらに30分間続ける。慣用の方法で仕上げ、4-(4-ベンチルベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリルを得る、m. p.: 33℃。

同様に、下記の化合物を製造する：

4-(4-エチルベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-プロピルベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-ブチルベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-ヘキシルベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-ヘプチルベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-オクチルベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-ベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-ベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル, C 98° N 105.9° 1

4-(4-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)-ベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオ

4に従い製造される)、ピリジン0.12モル、4-N,N-ジメチルアミノピリジン10ミリモルおよびメチレンクロライド250mlの混合物に加える。混合物を室温で10時間攪拌した後に、稀塩酸、重炭酸ナトリウム飽和溶液および水で洗浄する。慣用の方法で仕上げ、4-(トランス-4-オクチルシクロヘキサノールカルボニルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリルを得る。

例 7

a) 1-(4-ベンチルシクロヘキス-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼン

ヘキサン320ml中のn-ブチルリチウム0.525モルの溶液を、-78℃で、1,2-ジフルオロベンゼン0.5モル、テトラヒドロフラン1000mlおよびテトラメチルエチレンジアミン0.5モルの混合物に加える。混合物を-60℃で3時間攪拌した後に、テトラヒドロフラン100ml中に溶解した4-ベンチルシクロヘキサノン0.525モルを滴下して加え、混合物を室温までゆっくり温める。中和した後に得られたアルコール生成物

ロベンゾニトリル

4-(4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-ベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシル)-ベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル)-ベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

4-(4-(トランス-4-オクチルシクロヘキシル)-ベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロベンゾニトリル

例 6

トランス-4-オクチルシクロヘキサノールカルボニルクロライド0.1モル(この化合物は相当するカルボン酸からトルエン中でオキザリルクロライドを用いて製造される)とメチレンクロライド75mlとの混合物を、2,3-ジフルオロ-4-シアノフェノール0.1モル(この化合物は例

を精製することなく、トルエン250ml中に溶解し、水分離器を用いて、p-トルエンスルホン酸2gと3時間加熱する。慣用の方法で仕上げ、1-(4-ベンチルシクロヘキス-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼンを得る、沸点: 123℃/0.5mmHg。

b) 4-(4-ベンチルシクロヘキス-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンズアルデヒド

ラトラヒドロフラン20ml中のN-ホルミルピペリジン0.12モルを、-70℃で、4-(4-ベンチルシクロヘキス-1-エニル)-2,3-ジフルオロフェニルリチウム0.1モル(この化合物は例7aと同様にして、テトラヒドロフラン/テトラメチルエチレンジアミン中で、n-ブチルリチウムを使用し、相当するベンゼン化合物から製造される)に加え、混合物を1時間にわたって、-20℃まで温める。酸性にし、次いで慣用の方法で仕上げ、標題のアルデヒド化合物を得る。

c) 4-(4-ベンチルシクロヘキス-1-エ

ニル) - 2,3-ジフルオロベンゾニトリル
 ヒドロキシルアミン-O-スルホン酸0.12モ
 ルと水50mlとの混合物を30℃で、上記アルデヒ
 ド化合物0.1モルと水100mlとの混合物に加える。
 混合物を室温で1時間攪拌した後に、65℃に2
 時間加熱する。冷却させ、次いで慣用の方法で
 仕上げ、標題のニトリル化合物を白色固形物と
 して得る。

d) 2,3-ジクロロ-5,6-ジシアノベンゾキノ
 ン(DDQ)による酸化

DDQ 0.2モルを、例7c)からのシクロヘキセ
 ン誘導体0.1モルとトルエン200mlとの混合物に
 加え、混合物を2時間、加熱沸とうさせる。冷
 却させ、次いで慣用の方法で仕上げ、4-ベン
 チル-4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニ
 ルを得る。

同様にして、下記の化合物を製造する：

4-エチル-4'-シアノ-2',3'-ジフルオ
 ロビフェニル

4-プロピル-4'-シアノ-2',3'-ジフル

ル)-4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニ
 ル

4-(トランス-4-ヘブチルシクロヘキシ
 ル)-4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニ
 ル

4-(トランス-4-オクチルシクロヘキシ
 ル)-4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニ
 ル

例 8

a) 1-(2,3-ジフルオロフェニル)-2-(ト
 ランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-
 エタン

ヘキサシ130ml中のn-ブチルリチウム0.21
 モルの溶液を-100℃で、1,2-ジフルオロベン
 ゼン0.25モル、カリウムterti-ブタノレート
 0.20モルおよびテトラヒドロフラン200mlの混
 合物に加える。混合物を10分間攪拌した後に、
 2-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-
 エチルヨード0.2モル、ジメチルアミノ
 プロピレン尿素0.2モルおよびテトラヒドロフ

オロビフェニル

4-ブチル-4'-シアノ-2',3'-ジフルオ
 ロビフェニル

4-ヘキシル-4'-シアノ-2',3'-ジフル
 オロビフェニル

4-ヘブチル-4'-シアノ-2',3'-ジフル
 オロビフェニル

4-オクチル-4'-シアノ-2',3'-ジフル
 オロビフェニル

4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)
 -4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニル

4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシ
 ル)-4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニ
 ル

4-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)
 -4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニル

4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシ
 ル)-4'-シアノ-2',3'-ジフルオロビフェニ
 ル, C 84° N 168° I

4-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシ

ラン50mlの混合物を-90℃に加える。混合物を
 -40℃で1時間攪拌した後に、慣用の方法で仕
 上げ、標題のエタン誘導体(沸点: 135℃/0.5
 mmHg)が得られる、C 64° N 106.7° I。さらに
 また、少量の1,4-ジ-(2-(トランス-4-
 ベンチルシクロヘキシル)-エチル)-2,3-ジ
 フルオロベンゼンが副生成物として、得られ
 る。

b) 4-(2-(トランス-4-ベンチルシク
 ロヘキシル)-エチル)-2,3-ジフルオロ
 ベンゾニトリル。

上記エタン誘導体0.1モルを例7a)に従い脱
 プロトン化し、例7b)に従いホルミル化し、次
 いで例7c)に従いヒドロキシルアミン-O-ス
 ルホン酸と反応させる。慣用の方法で仕上げ、
 標題のニトリル化合物を無色固形物として得る、
 C 13° N 28.5° I。

例 9

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェノール
 0.1モル(この化合物は2,3-ジフルオロフェノ

ールから、硫酸ジエチル／炭酸カリウムによるジメチルホルムアミド中におけるアルキル化、 $-70^{\circ}\sim-80^{\circ}$ におけるリチエート化、N-メチルピペリジンとの反応および相当するアルデヒド生成物の過ギ酸を用いるBaeyer-Villiger法による酸化によって製造することができる) およびピリジン0.1モルをトルエン100ml中に溶解する。トランス-4-ベンチルシクロヘキサノカルボニルクロライド0.1モルを 80° で滴下して加え、混合物を引続いて、3時間攪拌する。沈殿したピリジン塩酸塩を吸引濾別し、トルエンを留去し、残留する2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-ベンチルシクロヘキサノエートをエタノールからの結晶化により精製する、C 48° N 62.5° I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-プロピルシクロヘキサノエート、
mp. 50° C 52°

2,3-ジフルオロ-4-プロポキシフェニル

ランス-4-ベンチルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルオキシフェニルトランス-4-ベンチルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘキシルオキシフェニルトランス-4-ベンチルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘプチルオキシフェニルトランス-4-ベンチルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニルトランス-4-ベンチルシクロヘキサノエート

例 10

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキサノエートが例9と同様にして、同一のフェノール化合物から4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキサノカルボニルクロライドとの反応に

トランス-4-プロピルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ブトキシフェニルトランス-4-プロピルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルオキシフェニルトランス-4-プロピルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘキシルオキシフェニルトランス-4-プロピルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘプチルオキシフェニルトランス-4-プロピルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニルトランス-4-プロピルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-プロポキシフェニルトランス-4-ベンチルシクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ブトキシフェニルト

より得られる、C 69.3° Sc 146.9° S, 152.7° N 156° I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

2,3-ジフルオロ-4-プロポキシフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ブトキシフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルオキシフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘキシルオキシフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘプチルオキシフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピル

シクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-エチルフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-プロピルフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ブチルフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート, C 50° S, 98° S, 115° N 178.7° I

2,3-ジフルオロ-4-ヘキシルフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘプチルフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

ロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-(トランス-4-オクチルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

例 11

4-ヘキシルオキシ安息香酸0.1モル、ジメチルアミノピリジン0.01モルおよび2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェノール0.1モル(この化合物は2,3-ジフルオロオクチルオキシベンゼンを-70~-80°でリチエートし、次いでオーブチルヒドロパーオキサイド0.12モルおよびブチルリチウム0.12モルから調製されたリチウムヒ-ブチルパーオキサイドのエーテル溶液を滴下して加えることにより製造することができる)をメチレンクロライド150ml中に先ず導入し、次いでメチレンクロライド30ml中のジシクロヘキシルカルボジイミド0.1モルの溶

2,3-ジフルオロ-4-オクチルフェニルトランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-ブチルシクロヘキサノエート, C 49° N (48.2°) I

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニルトランス-4-ペンチルシクロヘキサノエート, C 59° S, (55°) I

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニルトランス-4-ヘプチルシクロヘキサノエート, C 53° N 65.7° I

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル) - シクロヘキサノエート

2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニルトランス-4-(トランス-4-ヘキシルシク

液を10°で攪拌しながら滴下して加え、引続いて混合物を室温で15時間攪拌する。混合物をシリカゲル上でろ過し、次いで溶媒を蒸発させ、2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニル4-ヘキシルオキシベンゾエートを残留物として得る。

同様にして、下記の化合物を製造する:

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニル p-(4-ヘプチルオキシ-3-フルオロフェニル)-ベンゾエート, C 69.3° S, 146.9° S, 152.7° N 156° I

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニル p-(4-オクチルオキシ-3-フルオロフェニル)-ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニル p-(4-ノニルオキシ-3-フルオロフェニル)-ベンゾエート, C 71.7° S, 146° S, 149.8° N 150.2° I

2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニル p-(4-デシルオキシ-3-フルオロフ

エニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフェニル p - (4-ヘブチルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフェニル p - (4-オクチルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフェニル p - (4-ノニルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフェニル p - (4-デシルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-デシルオキシフェニル p - (4-ヘブチルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-デシルオキシフェニル p - (4-オクチルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-デシルオキシフェニ

ニル p - オクチルオキシベンゾエート, C 53° (Sc 39°) N 57° I

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-ヘキシル-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-ヘブチル-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-オクチル-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート, C 60° Sc 150° S_A 155° N 157° I

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-ヘキシルフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-ヘブチルフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-オクチルフェニル) - ベンゾエ

ル p - (4-ノニルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-デシルオキシフェニル p - (4-デシルオキシ-3-フルオロフェニル) - ベンゾエート

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ヘキシルベンゾエート

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ヘブチルベンゾエート

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - オクチルベンゾエート, mp. 43.5°

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ノニルベンゾエート

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - デシルベンゾエート

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ヘキシルオキシベンゾエート

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ヘブチルオキシベンゾエート

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ

ート, C 86° Sc 125° S_A 131° N 145° I

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-ヘキシルオキシフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-ヘブチルオキシフェニル) - ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル p - (4-オクチルオキシフェニル) - ベンゾエート, C 94° Sc 157° S_A 166° N 174° I

4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ヘキシルベンゾエート

4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ヘブチルベンゾエート

4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - オクチルベンゾエート

4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ノニルベンゾエート

4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル p - ヘキシルオキシベンゾエート

4-オクタチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニル p-ヘブチルオキシベンゾエート

4-オクタチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニル p-オクタチルオキシベンゾエート, C 51°
Sc (39°) N 59.8° I

4-オクタチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニル p-ノニルオキシベンゾエート, C 53.6°
Sc (49°) N 59.3° I

4-オクタチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニルトランス-4-ペンチルシクロヘキシル-
カルボキシレート, C 30° N 60° I

4-オクタチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニルトランス, トランス-4'-ペンチル-ビシ
クロヘキシル-4-カルボキシレート, C 58°
Sc (38°) S_A 167° N 182.5° I

4-オクタチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニル 4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキ
シル)-ベンゾエート, C 62° Sc 63° S_A 100°
N 152.2° I

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ
ランス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキ
シ)-ベンゼン

1-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロ-4
-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルメ
トキシ)-ベンゼン

1-ヘキシルオキシ-2,3-ジフルオロ-4
-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルメ
トキシ)-ベンゼン

1-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロ-4
-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルメ
トキシ)-ベンゼン

1-オクタチルオキシ-2,3-ジフルオロ-4
-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルメ
トキシ)-ベンゼン

1-エチル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン

1-プロピル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン

ニル p-オクタチルオキシベンゾエート, C 53°
N 57° I

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフ
エニル p-オクタチルベンゾエート, C 43.5° I
例 12

2,3-ジフルオロ-4-ブトキシフェノール
0.1モル、トランス-4-ペンチルシクロヘキシル
メチルブロマイド 0.11モルおよび炭酸カリウ
ム 0.11モルをジメチルホルムアミド(DMF)100ml
中で100°において16時間加熱する。冷却後に、
無機塩を吸引濾別し、濾液を濃縮し、次いで水
を加える。メチレンクロライドで抽出し、1-
ブトキシ-2,3-ジフルオロ-4-(トランス-
4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)ベンゼ
ンを得る。

同様にして、下記の化合物を製造する:

1-エトキシ-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン, C 38° I

1-プロポキシ-2,3-ジフルオロ-4-(ト
ランス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン

1-ペンチル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン

1-ヘキシル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン

1-ヘブチル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン

1-オクタチル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)
-ベンゼン

1-エチル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス, トランス-4'-プロピルビシクロヘキシル
-4-イルメトキシ)-ベンゼン

1-プロピル-2,3-ジフルオロ-4-(トラ
ンス, トランス-4'-プロピルビシクロヘキシル

ル-4-イルメトキシ)-ベンゼン

1-ブチル-2,3-ジフルオロ-4-(トランス, トランス-4'-プロピルシクロヘキシル-4-イルメトキシ)-ベンゼン

1-ペンチル-2,3-ジフルオロ-4-(トランス, トランス-4'-プロピルシクロヘキシル-4-イルメトキシ)-ベンゼン, C 36° S, 66° N 117.1° I

1-ヘキシル-2,3-ジフルオロ-4-(トランス, トランス-4'-プロピルシクロヘキシル-4-イルメトキシ)-ベンゼン

1-ヘプチル-2,3-ジフルオロ-4-(トランス, トランス-4'-プロピルシクロヘキシル-4-イルメトキシ)-ベンゼン

1-オクチル-2,3-ジフルオロ-4-(トランス, トランス-4'-プロピルシクロヘキシル-4-イルメトキシ)-ベンゼン

1,2,3-トリフルオロ-4-(トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキシルメトキシ)-ベンゼン, C 68°

例 13

2,3-ジフルオロハイドロキノン0.05モルおよびビリジン0.1モルをトリエン100mlに溶解する。トランス-4-ブチルシクロヘキサノイルオキシボニルクロライド0.1モルを80°で滴下して加え、混合物を引続いて3時間攪拌する。慣用の方法で仕上げ、2,3-ジフルオロ-1,4-ビス-(トランス-4-ブチルシクロヘキサノイルオキシ)-ベンゼンを得る。

同様にして、下記の化合物を製造する:

2,3-ジフルオロ-1,4-ビス-(トランス-4-エチルシクロヘキサノイルオキシ)-ベンゼン

2,3-ジフルオロ-1,4-ビス-(トランス-4-プロピルシクロヘキサノイルオキシ)-ベンゼン

2,3-ジフルオロ-1,4-ビス-(トランス-4-ペンチルシクロヘキサノイルオキシ)-ベンゼン, C 87° N 208° I

2,3-ジフルオロ-1,4-ビス-(トランス-

N 105.2° I

1,2,3-トリフルオロ-4-(トランス-4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-シクロヘキシルメトキシ)-ベンゼン

1,2,3-トリフルオロ-4-(トランス-4-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)-シクロヘキシルメトキシ)-ベンゼン

1,2,3-トリフルオロ-4-(トランス-4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-シクロヘキシルメトキシ)-ベンゼン, C 81° N 111.5° I

1,2,3-トリフルオロ-4-(トランス-4-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシル)-シクロヘキシルメトキシ)-ベンゼン

1,2,3-トリフルオロ-4-(トランス-4-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル)-シクロヘキシルメトキシ)-ベンゼン

1,2,3-トリフルオロ-4-(トランス-4-(トランス-4-オクチルシクロヘキシル)-シクロヘキシルメトキシ)-ベンゼン

4-ヘキシルシクロヘキサノイルオキシ)-ベンゼン

2,3-ジフルオロ-1,4-ビス-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキサノイルオキシ)-ベンゼン

2,3-ジフルオロ-1,4-ビス-(トランス-4-オクチルシクロヘキサノイルオキシ)-ベンゼン, C 80° S, 123° N 177° I

例 14

2,3-ジフルオロ-4-エトキシ安息香酸0.1モル(この化合物は2,3-ジフルオロフェノールをジメチルホルムアミド中で硫酸ジエチル/炭酸カリウムによりアルキル化し、生成する2,3-ジフルオロフェネトールの4-位置をテトラヒドロフラン中で-70~-80°において、ブチルリチウム/テトラメチルエチレンジアミンによりメタレート化し、次いで固形カルボン酸と反応させることにより製造することができる)、4-ジメチルアミノビリジン0.01モルおよび2-ペンチル-5-ヒドロキシビリジン0.1モル

を先ず、メチレンクロライド150ml中に導入し、次いでジシクロヘキシルカルボジイミド0.1モルのメチレンクロライド30ml中の溶液を10°で攪拌しながら、滴下して加え、混合物を引続いて、室温で15時間攪拌する。混合物をシリカゲル上で吸引濾過し、慣用の方法で仕上げた後に、5-(2-ペンチルピリジル)2,3-ジフルオロ-4-エトキシベンゾエートを得る。

同様にして、下記の化合物を製造する：

2-(5-オクチルピリジル)2,3-ジフルオロ-4-ヘプチルオキシベンゾエート

2-(5-ノニルピリミジル)2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシベンゾエート

2-(5-(2-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル)-エチル)-ピリミジル)2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシベンゾエート、
C 73° S, 115° N 134° I

例 15

O-ジフルオロベンゼンを-70~-80°でリチエート化し、プロピオンアルデヒドと反応さ

ホルムアミド中でアルキル化し、生成する2,3-ジフルオロフェネトールの4位置を-70~-80°でテトラヒドロフラン中において、ブチルリチウム/テトラメチルエチレンジアミンを用いてメタレート化し、次いで固形カルボン酸と反応させることにより製造することができる)、4-ジメチルアミノピリジン0.01モルおよび4-ヒドロキシ-4'-ペンチルピフェニル0.1モルを先ず、メチレンクロライド150ml中に導入し、次いでジシクロヘキシルカルボジイミド0.1モルのメチレンクロライド30ml中の溶液を10°で攪拌しながら、滴下して加え、引続いて、混合物を室温で15時間攪拌する。シリカゲル上で吸引濾過し、溶媒を蒸発させ、残留物として、4-(4'-ペンチルピフェニル)2,3-ジフルオロ-4-エトキシベンゾエートを得る。生成物は結晶化により精製する、C 94° N 206.6° I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

トランス-4-ヘキシルシクロヘキシル2,3

せ、生成された二級アルコール化合物を脱水させ、次いで二重結合を水素添加して、2,3-ジフルオロプロピルベンゼンを生成させる。再度、メタレート化し、次いでドライアイスと反応させ、2,3-ジフルオロ-4-プロピル安息香酸を得る。4-(5-ヘプチルピリミジン-2-イル)-フェニル2,3-ジフルオロ-4-プロピルベンゾエートがこの酸から例1と同様にして、2-(4-ヒドロキシフェニル)-5-ヘプチルピリミジンおよびジシクロヘキシルカルボジイミドを用いてエステル化することにより得られる、C 69° N 138° I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

4-(5-ヘプチルピリミジン-2-イル)-フェニル2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシベンゾエート

例 16

2,3-ジフルオロ-4-エトキシ安息香酸0.1モル(この化合物は2,3-ジフルオロフェノールを硫酸ジエチル/炭酸カリウムによりジメチル

-ジフルオロ-4-(2-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-エチル)-ベンゾエート、C 49° S, 55° N 118° I

4-ペンチルフェニル2,3-ジフルオロ-4-(2-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-エチル)-ベンゾエート、C 45° S, 92° N 130.3° I

4-プロピルフェニル2,3-ジフルオロ-4-(4-ペンチルシクロヘキシル-1-エニル)-ベンゾエート、C 31° S, 63° N 150.8° I

例 17

4-ペンチルフェニル2,3-ジフルオロ-4-エトキシベンゾエートが例16と同様にして、2,3-ジフルオロ-4-エトキシ安息香酸と4-ペンチルフェノールとの反応により得られる、C 61° N (50.7°) I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

p-オクチルフェニル4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロベンゾエート、C 37° S, 50° N 57.1° I

4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-フェニル4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロベンゾエート, C 58 Sc 96 N 160.8 I

トランス, トランス-4'-ペンチルビシクロヘキシル-4-イル4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロベンゾエート, C 90 Sc 98 N 170.3 I

4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-フェニル4-プロピル-2,3-ジフルオロベンゾエート, C 70 N 134.9 I

トランス, トランス-4'-プロピルビシクロヘキシル-4-イル4-プロピル-2,3-ジフルオロベンゾエート, C 64 N 165.2 I

(4'-ペンチルビフェニル-4-イル)4-プロピル-2,3-ジフルオロベンゾエート, C 74 Sc 86 N 160.1 I

(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)4-エトキシ-2,3-ジフルオロベンゾエート, C 93 N (48) I

例 18

O-ジフルオロベンゼンを-70~-80°でリチエート化し、オクタナルと反応させ、脱水し、次いで水素添加することにより、2,3-ジフルオロオクチルベンゼンを得る。再度、メタレート化し、次いでN-ホルミルピペリジンと反応させて、アルデヒドを生成し、この生成物をBaeyer-Villiger法により酸化してホーマートを生成し、引続いて加水分解し、4-オクチル-2,3-ジフルオロフェノールを得る。

このフェノール生成物0.1モルおよびピリジン0.1モルをトルエン100mlに溶解する。トルエン50mlに溶解した4-ヘキシルオキシベンゾイルクロライド0.1モルを80°で滴下して加え、混合物を引続いて3時間攪拌する。沈殿したピリジン塩酸塩を吸引濾別し、トルエンを留去し、残留する2,3-ジフルオロ-4-オクチルフェニル4-ヘキシルオキシベンゾエートを結晶化により精製する。

同様に、下記の化合物を製造する：

2,3-ジフルオロ-4-オクチルフェニル4

4-(2,3-ジフルオロ-4'-プロピルビフェニル)2,3-ジフルオロ-4-ペンチルベンゾエートが同様にして得られる。この反応に必要な4-ヒドロキシ-2,3-ジフルオロ-4'-プロピルビフェニルは次のようにして製造する：

2,3-ジフルオロ-4'-プロピルビフェニルをO-ジフルオロベンゼンの-70~-80°におけるリチエート化、4-プロピルシクロヘキサノンとの反応、生成する三級アルコール化合物の脱水、引続くシクロヘキセン環の芳香族化により得る。再度、メタレート化し、次いでN-ホルミルピペリジンと反応させ、2,3-ジフルオロ-4'-プロピルビフェニル-4-カルブアルデヒドを得る。このアルデヒド化合物をBaeyer-Villiger法に従いメチレンクロライド中で3-クロロ過安息香酸により酸化し、相当するホーマートを生成する。生成物を次いでアルカリ性条件の下で加水分解し、所望のフェノール化合物を得る。

例 19

-オクチルオキシベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-デシルフェニル4-オクチルオキシベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル4-エトキシベンゾエート, C 42° N (26°) I

2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル4-プロポキシベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル4-ブトキシベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル4-ペンチルオキシベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ペンチルフェニル4-オクチルオキシベンゾエート

例 20

2-フルオロ-4-ブチルオキシ安息香酸 0.1モル(この化合物は3-フルオロ-4-シアノフェノールをブチルブロマイド/炭酸カリウムによりジメチルホルムアミド中でアルキル化し、次いでイミドエステルを経て生成されるニトリルを加水分解することにより製造される)、ジメチルアミノピリジン0.01モルおよび2,3-ジフルオロ-4-オクタルフエノール0.1モルを先ず、メチレンクロライド150ml中に導入し、次いでジシクロヘキシルカルボジイミド0.1モルのメチレンクロライド30ml中の溶液を10°で攪拌しながら滴下して加え、混合物を引続いて、室温で15時間攪拌する。混合物をシリカゲル上で濾過し、溶媒を蒸発させ、残留物として、2,3-ジフルオロ-4-オクタルフエニル2-フルオロ-4-ブチルオキシベンゾエートを得る。

例 21

0-ジフルオロベンゼンをリチエート化し、

-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-シクロヘキサンカルボン酸によりエステル化する。慣用の方法で仕上げ、2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-シクロヘキシルカルボキシレートを得る、C 13° N 28.5° I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-エチルシクロヘキシルカルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-プロピルシクロヘキシルカルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-ブチルシクロヘキシルカルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-ヘキシルシクロヘキシルカルボキシレート

次いでオクタナルと反応させ、脱水し、次いで水素添加することにより、2,3-ジフルオロオクタルベンゼンを得る。この生成物から、例19に従い、ホルミル化合物を経て、4-オクタール-2,3-ジフルオロフェノールが得られる。

このフェノール0.1モル、トランス-4-ブチルシクロヘキサンカルボン酸0.1モルおよび4-ジメチルアミノピリジン0.01モルを先ず、メチレンクロライド150ml中に導入し、次いでジシクロヘキシルカルボジイミド0.1モルのメチレンクロライド30ml中の溶液を10°で攪拌しながら滴下して加え、混合物を引続いて、室温で15時間攪拌する。混合物をシリカゲル上で吸引濾過し、次いで溶媒を蒸発させ、2,3-ジフルオロ-4-オクタルフエニルトランス-4-ブチルシクロヘキサノエートを残留物として得る。

例 22

例20と同様にして、2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエノールを生成し、次いでトランス

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-ヘブチルシクロヘキシルカルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-オクタールシクロヘキシルカルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4'-エチルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4'-プロピルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4'-ブチルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4'-ペンチルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート、S_A 115° N 180° I

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルト

ランスートランス-4'-ヘキシルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランスートランス-4'-ヘプチルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランスートランス-4'-オクチルビシクロヘキシル-4-カルボキシレート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニルトランス-4-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニル4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニル4-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)-ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニル4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-ベンゾエート, C 74° N 147° I

上げ、2,3-ジフルオロ-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-メトキシートランス-ヘプト-2-エチルベンゼンを得る。

この反応に必要なベンジルブロマイド化合物は2,3-ジフルオロ-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-メトキシベンゼンから、リチエート化、N-ホルミルピペリジンとの反応、生成するアルデヒドのホウ素水素化ナトリウムによる還元および生成するアルコールのジプロモトリフエニルホスホランとの反応によって製造される。

例 24

1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-(トランス-4-n-プロピルシクロヘキシルエチル)-シクロヘキス-1-エン0.2モル(この化合物は次のとおりにして得られる: ブチルリチウムのn-ヘキサン中の1.6N溶液131mlを-70℃で、テトラヒドロフラン400ml中のエトキシ-2,3-ジフルオロベンゼン0.2モルおよびテトラメチルエチレンジアミン0.2

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニル4-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシル)-ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニル4-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル)-ベンゾエート

2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフエニル4-(トランス-4-オクチルシクロヘキシル)-ベンゾエート

例 23

ジイソブチルアルミニウムヒドライドのヘキサン中の20%溶液10mlを1-ヘキシン0.01モルおよびヘキサン5mlの溶液に加え、混合物を50°で3時間加熱する。次いで25°に冷却させ、ブチルリチウムのヘキサン中15%溶液6.3mlを滴下して加え、30分後に、テトラヒドロフラン15mlに溶解した2,3-ジフルオロ-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-メトキシベンジルブロマイド0.01モルを滴下して加え、混合物を12時間加熱還流する。慣用の方法で仕

モルの溶液に、水分を排除し、窒素雰囲気中で、滴下して加える。混合物を次いで、-70℃に4時間攪拌し、引続いて、THF 100ml中の4-(トランス-4-n-プロピルシクロヘキシルエチル)-シクロヘキサノン0.11モルをゆっくり加える。反応混合物を室温までゆっくり温め、次いで塩化ナトリウム飽和溶液1.5mlにより加水分解する。混合物をエーテルで抽出し、エーテル相を水で数回洗浄し、乾燥させ、次いで蒸発させる。残留物をエタノール700ml中に取り入れ、濃HCl 70mlを加え、混合物を3時間、還流の下で沸とうさせる。水1.5mlを次いで加え、混合物をメチルtert-ブチルエーテルで抽出する。エーテル相を中性まで洗浄し、乾燥させ、次いで蒸発させ、残留物を再結晶させる。この生成物(m.p.: 73° およびc.p.: 139°)とDDQ 50gをトルエン250ml中で1時間還流の下で沸とうさせる。冷却後に、反応混合物をシリカゲル上でトルエンを用いて過し、母液を蒸発させ、残留物をクロマトグラフィにより精製する。1-(トラ

ンス-4-プロピルシクロヘキシル)-2-(4'-エトキシ-2',3'-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタンが得られる、C 64° N 144° I。

例 25

n-BuLiのヘキサン中の1.6N溶液125mlを水分の排除の下で窒素雰囲気下に、0.2モルのトランス-4-n-プロピルシクロヘキシルエチル-2,3-ジフルオロベンゼン〔この化合物は2,3-ジフルオロベンゼンを-85℃でBuLi/カリウムtert-ブチレート(t-BuOK)/1,3-ジメチルテトラヒドロ-2(1H)-ピリミジノン(DMPu)の存在の下でトランス-4-n-プロピルシクロヘキシルエチルヨウダイドによりアルキル化することにより製造することができる〕およびTMEDA 0.2モルのTHF 400ml中の溶液に-70℃で滴下して加える。混合物を-70℃で4時間攪拌し、次いで4-ペンチルオキシシクロヘキサノン0.2モルを加える。反応混合物を室温まで温め、次いで稀HClで加水分解し、生成物

ル)-2-(4'-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタン

1-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシル)-2-(4'-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタン

1-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル)-2-(4'-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタン

1-(トランス-4-オクチルシクロヘキシル)-2-(4'-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタン

1-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-2-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン

1-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-2-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン

1-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)-2-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン

を慣用の方法で単離する。生成物をトルエン中に取り入れ、混合物をp-トルエンスルホン酸の存在の下で、水分離器を使用して、加熱沸とうさせる。トルエン相を次いで水により中性まで洗浄し、乾燥させ、次いでDDO 0.4モルを加える。反応混合物を沸とうさせる。反応が終了した時点で、混合物をシリカゲルカラム上で濾過し、次いで慣用の方法で仕上げる。生成物は結晶化およびクロマトグラフィにより精製する。
1-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-2-(4'-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタンが得られる。

同様にして、下記の化合物を製造する：

1-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-2-(4'-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタン

1-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)-2-(4'-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル)-エタン

1-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-2-(4'-ペンチルシクロヘキシル)-2-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン、C 49° N (20°) I

1-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-2-(4-ヘキサノイルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン、C 45° N (28.4°) I

1-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-2-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルカルボニルオキシ)-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン、C 58° N 151.8° I

1-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-2-(4-(4-オクチルオキシベンゾイルオキシ)-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン、C 51° N 138° I

1-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-2-(4-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン、C 76° S, (72°) N 109.4° I

1-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-2-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-エタン

ル)-2-(4'-ペンチル-2,3-ジフルオロ
ビフェニル-4-イル)-エタン, C 22° N
106.7° I

1-(4-(トランス-4-ペンチルシクロ
ヘキシル)-フェニル)-2-(4-エトキシ-
2,3-ジフルオロフェニル)-エタン, C 49°
S₂ (31°) N 107.3° I

1-(4-(トランス-4-プロピルシクロ
ヘキシル)-フェニル)-2-(4-エトキシ-
2,3-ジフルオロフェニル)-エタン, C 75°
N 99.5° I

例 26

CH₂Cl₂に溶解したジシクロヘキシルカルボジ
イミド(DCC)0.1モルを、0℃で水分を排除して、
CH₂Cl₂ 300ml中の4'-ペンチル-2,3-ジフル
オロビフェニル-4-オール0.1モル(この化合
物は4'-ペンチル-2,3-ジフルオロ-4-メ
トキシ-ビフェニルから、H₂/水酢酸による
エーテル開裂により製造することができる)、
トランス-4-n-ペンチル-シクロヘキサ

ル-4-イルエーテルが得られる。

例 28

p-プロピルフェノール13.6gおよび2,3-ジ
フルオロ-4-ペンチルオキシビフェニル-4'-
カルボン酸32gを先ず、メチレンクロライド
250mlに触媒量のDMAPとともに導入し、メチレ
ンクロライド中のDDC 0.1モルの溶液を0℃で
滴下して加える(4-ペンチルオキシ-2,3-ジ
フルオロビフェニル-4'-カルボン酸の製造:
ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロベンゼンを
当モル量のブチルリチウムおよびTMEDAにより
慣用の条件の下で-70°において、THF中でメ
タレート化し、反応混合物を次いで-70℃で4
時間攪拌し、次いで同一温度において、当モル
量のクロトリイソプロピルオルトタネート
と反応させる。反応混合物を-30℃までゆっく
り温め、当モル量のエチルシクロヘキサノン-
4-カルボキシレートに次いで加え、混合物を
室温までゆっくり温めながら、12時間攪拌する。
反応混合物を氷冷した稀塩酸で加水分解し、短

カルボン酸0.1モルおよび触媒量の4-N,N'-
ジメチルアミノピリジン(DMAP)に加える。混合
物を次いで室温で12時間攪拌し、沈澱したジシ
クロヘキシル尿素を分離し、生成物を慣用の方
法で仕上げる。生成物は結晶化により精製する。
4'-ペンチル-2,3-ジフルオロビフェニル-
4-イルトランス-4-n-ペンチルシクロヘ
キサノカルボキシレートが得られる、C 44° N
159.1° I。

例 27

4'-n-ペンチル-2,3-ジフルオロビフェ
ニル-4-オール0.1モルおよびトランス-4-
n-ペンチルシクロヘキシルヨーダイド0.1
モルをジメチルホルムアミド(DMF)中で無水
K₂CO₃ 0.12モルの存在の下で混合物がおだやか
に沸とうするまで加熱する。反応が終了した時
点で、混合物を慣用の方法で仕上げ、生成物は
クロマトグラフィおよび結晶化により精製する。
トランス-4-n-ペンチルシクロヘキシルメ
チル4'-ペンチル-2,3-ジフルオロビフェニ

時間攪拌し、次いでセライト上で濾過する。濾
液をMTBエーテルで抽出し、有機相を乾燥させ、
次いで蒸発させる。残留物をエタノール中に取り
入れ、少量の塩酸を加え、混合物を12時間、
還流沸とうさせる。水の添加後に、生成物を慣
用の方法で単離し、次いでトルエン中の2倍モ
ル量のDDQとともに沸点で加熱する。混合物を
次いで慣用の方法で仕上げ、生成するエステル
を少し過剰量のKOHエタノール溶液で、室温に
おいて加水分解する。生成した酸は結晶化によ
り精製する。反応混合物を室温で12時間攪拌
し、沈澱したジシクロヘキシル尿素を次いで吸
引濾別し、有機相を慣用の方法で仕上げる。p-
プロピルフェニル4-ペンチルオキシ-2,3-
ジフルオロビフェニル-4'-カルボキシレ
ートが得られる。

同様にして、下記の化合物を製造する:

p-ヘキシルフェニル4-ペンチルオキシ-
2,3-ジフルオロビフェニル-4'-カルボキシ
レート

p-ヘキシルフェニル 4-ヘプチルオキシ-
2,3-ジフルオロビフェニル-4'-カルボキシ
レート

p-ヘキシルフェニル 4-オクチルオキシ-
2,3-ジフルオロビフェニル-4'-カルボキシ
レート

p-ヘキシルフェニル 4-ノニルオキシ-
2,3-ジフルオロビフェニル-4'-カルボキシ
レート

p-ヘキシルフェニル 4-オクチルオキシ-
2,3-ジフルオロビフェニル-4'-イルカルボ
キシレート

p-オクチルフェニル 4-オクチルオキシ-
2,3-ジフルオロビフェニル-4'-イルカルボ
キシレート, C, 58.6° C, 63.6° Sc 121° S_A
139.1° N 144.5° I

p-ノニルフェニル 4-オクチルオキシ-
2,3-ジフルオロビフェニル-4'-イルカルボ
キシレート

p-ヘキシルオキシフェニル 4-オクチルオ

S_A 146° I

4-オクチルオキシ-3-フルオロフェニル
4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェ
ニル-4'-イルカルボキシレート, C 83.6° Sc
116° S_A 162.9° I

例 29

1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)
-4-(4-トランス-プロピル-シクロヘキ
シルエチル)シクロヘキス-1-エン 39gをTHF
250mlに溶解し、5% Pd-C 4gの存在の下で、
0.5バールの水素圧で34℃において水素添加す
る。混合物を次いで濾過し、溶液を蒸発させ、
トランス-4-(トランス-4-n-プロピル
シクロヘキシルエチル)-4-(エトキシ-2,3-
ジフルオロフェニル)-シクロヘキサンをク
ロマトグラフィにより単離し、結晶化させる、
C 76° S_A 79° N 186° I。

(上記 1-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェ
ニル)-4-(4-トランス-プロピル-シク
ロヘキシルエチル)シクロヘキス-1-エンの

キシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4'-イル
カルボキシレート

p-ヘプチルオキシフェニル 4-オクチルオ
キシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4'-イル
カルボキシレート

p-オクチルオキシフェニル 4-オクチルオ
キシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4'-イ
ルカルボキシレート, C 83.8° Sc 151.7° S_A
154.9° N 165.4° I

4-オクチル-2-フルオロフェニル 4-オ
クチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-
4'-イルカルボキシレート, C 56.7° Sc 103°
N 141.6° I

4-オクチル-3-フルオロフェニル 4-オ
クチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-
4'-イルカルボキシレート, C 45.2° Sc 84.3°
N 120.7° I

4-ヘプチル-3-フルオロフェニル 4-オ
クチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-
4'-イルカルボキシレート, C 44.7° Sc (41°)

製造: ブチルリチウム(BuLi)のn-ヘキサン中
の1.6N溶液131mlを-70℃で水分の排除の下で、
窒素雰囲気中において、テトラヒドロフラン
(THF)400ml中のエトキシ-2,3-ジフルオロベ
ンゼン31.6gおよびテトラメチルエチレンジア
ミン(TMEDA)23.2gの溶液に滴下して加える。混
合物を次いで、-70℃で4時間攪拌し、THF
100ml中の4-(トランス-4-n-プロピルシ
クロヘキシルエチル)-シクロヘキサノン50gを
引続いて、ゆっくり加える。反応混合物を室温
までゆっくり温め、次いで塩化アンモニウム飽
和溶液1.5lで加水分解する。混合物をエーテル
で抽出し、エーテル相を水で数回、洗浄し、乾
燥させ、次いで蒸発させる。残留物をエクソノ
ール700ml中に取り入れ、濃塩酸70mlを加え、混
合物を3時間、還流下に沸とうさせる。水1.5l
を次いで加え、混合物をメチルtert-ブチルエ
ーテル(MTBエーテル)で抽出する。エーテル相
を中性まで洗浄し、乾燥させ、次いで蒸発させ、
残留物を再結晶させる)。

同様にして、下記の化合物を製造する：

トランス-4-(トランス-4-エチルシクロヘキシルエチル)-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ブチルシクロヘキシルエチル)-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシルエチル)-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシルエチル)-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ヘブチルシクロヘキシルエチル)-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-オクチルシクロヘキシルエチル)-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-エチルシクロヘキシルエチル)-(4-エトキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

ロヘキシルエチル)-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ブチルシクロヘキシルエチル)-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシルエチル)-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシルエチル)-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-ヘブチルシクロヘキシルエチル)-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシルエチル)-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

トランス-4-(トランス-4-オクチルシクロヘキシルエチル)-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-シクロヘキサン

例 30

2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシベンズアミジン塩酸塩0.1モル(この化合物は2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシベンゾイルクロライドをアミドに変換し、アミドも脱水してニトリルを生成し、ニトリルをエタノールおよび塩化水素と反応させ、引続いて、生成するイミドエステルをアンモニアと反応させることにより製造される)、ノニルマロノジアルデヒドテトラメチルアセタール0.1モルおよびDMF 50mlを150°で12時間加熱する。反応混合物を次いで塩化メチレン中に取り入れ、重炭酸ナトリウム溶液および水で中性まで洗浄し、乾燥させ、次いで溶媒を留去する。残留物として、2-(2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフェニル)-5-ノニルピリミジンが得られる。生成物はエタノールから再結晶させる、C 41° S, 54° I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ヘブチルオキシフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ヘキシルオキシフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ベンチルオキシフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ブトキシフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-プロポキシフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-エトキシフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-エチルフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-プロピルフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ブチルフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ベンチルフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ヘキシルフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-ヘプチルフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルフェニル)-5-ノニルピリミジン

2-(2',3'-ジフルオロ-4'-エチルビフェニル-4-イル)-5-ヘプチルピリミジン

2-(2',3'-ジフルオロ-4'-プロピルビフェニル-4-イル)-5-ヘプチルピリミジン

2-(2',3'-ジフルオロ-4'-ブチルビフェニル-4-イル)-5-ヘプチルピリミジン

2-(2',3'-ジフルオロ-4'-ペンチルビフェニル-4-イル)-5-ヘプチルピリミジン

2-(2',3'-ジフルオロ-4'-ヘキシルビフェニル-4-イル)-5-ヘプチルピリミジン

2-(2',3'-ジフルオロ-4'-ヘプチルビフェニル-4-イル)-5-ヘプチルピリミジン

2-(2',3'-ジフルオロ-4'-オクチルビフェニル-4-イル)-5-ヘプチルピリミジン

フェニルホスフィンニッケル(II)クロライド2モル%(0.002モル)の溶液をゆっくり加え、混合物を引続いて、さらに16時間攪拌する。この間、温度はゆっくり室温に達させる。水を加え、混合物を抽出により仕上げ処理する。粗生成物は再結晶およびクロマトグラフィにより精製する。2-(2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフェニル)-5-メチルピリジンが得られる。

同様にして、下記の化合物を製造する：

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-メチルピリジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-エチルピリジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-プロピルピリジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-ブチルピリジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-ペンチルピリジン

C 64° Sc 90° N 188° I

例 31

2,3-ジフルオロ-4-(5-ブチルピリミジン-2-イル)-4'-プロピルビフェニルは2,3-ジフルオロ-4'-プロピル-ビフェニル-4-カルバミジン塩酸塩(この化合物の生成に必要なビフェニルカルボン酸化合物は例28と同様にして得られる)とブチルマロイジアルデヒドテトラメチルアセタールとをDMF中で反応させ、慣用の方法で仕上げた後に得られる。

例 32

n-BuLi 0.1モルのヘキサン溶液を-60~-70℃で攪拌しながら、THF 200ml中の2,3-ジフルオロ-ノニルオキシベンゼン0.1モルおよびTMEDA 0.1モルの溶液に30分間にわたって滴下して加える。混合物をこの温度でさらに2時間攪拌し、次いでTHF 100ml中のZnBr₂(無水)0.05モルの溶液を同一温度で滴下して加える。さらに1時間後に、THF 50ml中の2-ブチル-5-メチルピリジン0.1モルおよびビスートリ

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-ヘキシルピリジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-ヘプチルピリジン

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシビフェニル)-5-オクチルピリジン, Sc 26° N 38.5° I

例 33

メチレンクロライドに溶解したDCC 0.1モルを0℃でメチレンクロライド200ml中の4'-ヘプチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニルカルボン酸0.1モル(この化合物は2,3-ジフルオロ-4'-ヘプチルオキシビフェニル0.1モルおよびTMEDA 0.1モルをTHF 200mlに溶解し、溶液を-78℃に冷却させ、次いでこの温度で、BuLiのヘキサン中の1.6N溶液0.105モルと反応させ、この反応混合物を-78℃で3時間攪拌し、次いで粉碎したドライアイス200g上に一度に全部注ぎ入れる。慣用の方法で仕上げ、4'-ヘプチルオキシ-2,3-ジフルオロ-ビフェニル-4-

カルボン酸を得ることにより製造される)、光学活性の2-シアノ-2-メチルヘキサノール0.1モル(この化合物は光学活性エチル2-メチル-2-ブチルシアノアセテートからLiBH₄による還元によって製造することができ)および触媒量の4-N,N'-ジメチルアミノピリジン(DMAP)の混合物に加える。混合物を次いで、室温で12時間攪拌する。慣用の方法で仕上げ、生成物を結晶化により精製する。光学活性の2-シアノ-2-メチルヘキサノール4'-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-カルボキシレートが得られる。

例 34

THFに溶解したジエチルアゾジカルボキシレート(DEAD) 0.17モルを、THF 400ml中の4'-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-オール0.15モル、L(-)-エチルラクテート0.17モルおよびトリフェニルホスフィン0.15モルの溶液に加える。この添加中に、反応温度は50℃を越えてはならない。混合物を50℃で

クロロ-3-メチルブチレートが得られる。

例 36

4-オクチルビシクロ(2,2,2)オクチルカルボキシクロライド0.0055モルを4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロビフェニル-4-オール0.0055モル(この化合物は触媒としてテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(O)を用いて、4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニルジイソプロピルオキシチチレートとp-ベンジルオキシプロモベンゼンにカップリングさせることにより得られる、4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-ベンジルオキシビフェニルの水素添加分解的開裂によって製造される)、メチレンクロライド20mlおよびトリエチルアミン1mlの混合物に加える。混合物を20℃で24時間攪拌した後に、慣用の方法で仕上げ、4'-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-イル4-オクチルビシクロ(2,2,2)オクチルカルボキシレートを得る、C 57.1° S, 128.5° S, 156° N 177.5°

1時間攪拌し、次いで室温で一夜にわたり攪拌する。溶媒を次いで留去し、残留物を熱いトルエンに溶解し、溶液を引続いてゆっくり冷却させる。沈殿したトリフェニルホスフィンオキシドを吸引濾別し、濾液を濃縮し、残留物をクロマトグラフィにより精製する。エチル2-(4-(p-ヘブチルオキシフェニル)-2,3-ジフルオロフェノキシ)-プロピネートが得られる。

例 35

メチレンクロライド中のDCC 0.1モルの溶液を0℃で、メチレンクロライド250ml中の4'-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル-4-オール0.1モル、光学活性2-クロロ-3-メチル酪酸0.1モル(この化合物はバリンから製造される)および触媒量のDMAPの混合物に加える。混合物を次いで室温で12時間攪拌し、沈殿を引続いて吸引濾別し、濾液を慣用の方法で仕上げるにより、4-(p-ヘブチルオキシフェニル)-2,3-ジフルオロフェニル2-

同様にして、下記の化合物を製造する:

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロビフェニル-4-イルトランス-4-ヘブチルシクロヘキシルカルボキシレート, C 53° S, 132.8° S, 144.4° N 162° I

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-アセチルオキシビフェニル

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-プロピオニルオキシビフェニル

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-ブチリルオキシビフェニル

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-ペンタノイルオキシビフェニル

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-ヘキサノイルオキシビフェニル

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-ヘプタノイルオキシビフェニル, C 62.9° I

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-オクタノイルオキシビフェニル, C 54.9°

S_c 63.0° N 66.5° I

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-ノナノイルオキシビフェニル, C 58° S_c 63.1° N 63.5° I

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-(4-メチルヘキサノイルオキシ)-ビフェニル, C 38° S_c (32.5°) N (35.5°) I

4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロ-4-デカノイルオキシ, C 51.8° S_c 71° I

例 37

4-(4-トランス-ベンチルシクロヘキシル)-1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル)-シクロヘキス-1-エン0.2モル(この化合物は4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニルリチウムおよび4-トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-シクロヘキサノンを使用し、引続いてp-トルエンスルホン酸を用いて脱水させることにより製造されるトルエン400mlおよびDDQ 0.4モルの混合物を沸点で2時間加熱する。冷却後に、4'-(トラン

ル)-4-エトキシ-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-エチル-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-プロピル-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ブチル-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ペンチル-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ヘキシル-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ヘプチル-2,3-ジフルオロビフェニル

ス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニルが得られる, C 53° S_c 58 S_a 127° N。

同様にして、下記の化合物を製造する:

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ヘプチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ヘキシルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ベンチルオキシ-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-ブトキシ-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-プロポキシ-2,3-ジフルオロビフェニル

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-オクチル-2,3-ジフルオロビフェニル

例 38

ヘキサノール65ml中のn-ブチルリチウム0.2モルの溶液を-100℃で、1,2-ジフルオロベンゼン0.1モル、カリウムtertiaryブチレート0.2モルおよびテトラヒドロフラン100mlの混合物に加える。混合物を10分間攪拌した後に、4-プロピルシクロヘキサノン0.2モルとテトラヒドロフラン20mlとの混合物を-90℃に加える。混合物を-40℃で2時間攪拌した後に、室温まで温め、次いで2規定の塩酸溶液30mlを加える。2時間加熱し、次いで慣用の方法で仕上げ、1,4-ビス-(4-プロピルシクロヘキス-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼンを得る, C 59° N 120.5° I。

同様にして、下記の化合物を製造する:

1,4-ビス-(4-エチルシクロヘキス-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼン

1,4-ビス-(4-ブチルシクロヘキシー-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼン

1,4-ビス-(4-ペンチルシクロヘキシー-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼン

1,4-ビス-(4-ヘキシルシクロヘキシー-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼン

1,4-ビス-(4-ヘプチルシクロヘキシー-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼン

1,4-ビス-(4-オクチルシクロヘキシー-1-エニル)-2,3-ジフルオロベンゼン

例 39

(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-アセチルクロライド0.1モルおよびトルエン20mlの混合物を0℃で、4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル-ホウ酸0.1モル(この化合物は4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル-リチウムおよびトリイソプロピルボレートを使用し、引続いで、稀塩酸により加水分解することにより製造される)、炭酸ナトリウム0.2モル、テトラキス-(トリフェニル

1-(1-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-オクチルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-ヘプチルシ

ホスフィン)パラジウム(O)0.01モルおよびトルエン150mlの混合物に加える。混合物を室温で2時間攪拌し、慣用の方法で仕上げ処理し、1-(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシル)-エタン-1-オンを得る、C 59° S_A (55°) I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

1-(1-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-エチルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-ブチルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

クロヘキシル)-エタン-1-オン

1-(1-ペンチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-2-(トランス-4-オクチルシクロヘキシル)-エタン-1-オン

例 40

4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロアニリン0.1モル(この化合物は相当するアミドから、転位により製造される)、4-プロピルベンズアルデヒド0.1モルp-トルエンスルホン酸0.01モルおよびトルエン200mlの混合物を、水分離器の使用の下で、2時間、沸点で加熱する。慣用の方法で仕上げ、(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-プロピルベンジリデンアミンを得る。

同様にして、下記の化合物を製造する：

(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-エチルベンジリデンアミン

(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル)-4-ブチルベンジリデンアミン

(4-オクチルオキシ-2,3-ジフルオロフェ

ニル) - 4 - ベンチルベンジリデンアミン

(4 - オクチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - ヘキシルベンジリデンアミン

(4 - オクチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - ヘプチルベンジリデンアミン

(4 - オクチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - オクチルベンジリデンアミン

(4 - ベンチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - エチルベンジリデンアミン

(4 - ベンチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - プロピルベンジリデンアミン

(4 - ベンチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - ブチルベンジリデンアミン

(4 - ベンチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - ペンチルベンジリデンアミン

(4 - ベンチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - ヘキシルベンジリデンアミン

(4 - ベンチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 4 - ヘプチルベンジリデンアミン

(4 - ベンチルオキシ - 2,3 - ジフルオロフェ

のリチウムジイソプロピルアミド0.13モルを滴
下して加える。慣用の方法で仕上げ、1 - (4
- エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェニル) - 2 -
(4' - プロピルビフェニル - 4 - イル) - エタ
ンを得る。

このエタン誘導体0.031モルおよびPd-C(5%)
3gをTHF 100mlに懸濁し、室温で、1バールの
水素圧の下で水素添加する。慣用の方法で仕上
げ、1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - プロピルビフェニル - 4 -
イル) - エタンを得る。

同様にして、下記の化合物を製造する：

1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - エチルビフェニル - 4 - イル)
- エタン

1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - ブチルビフェニル - 4 - イル)
- エタン

1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - ペンチルビフェニル - 4 - イ

ニル) - 4 - オクチルベンジリデンアミン

例 41

ブチルリチウムのn-ヘキサン中の1.6N溶
液66mlを-70℃でTHF 200ml中の2,3-ジフルオ
ロフェネトール0.1モルおよびTMEDA 0.1モルの
溶液に滴下して加える。-70℃で4時間攪拌し
た後に、THF 50ml中の4-アセチル-4'-プロ
ピルビフェニル0.1モルを加える。慣用の方法
で仕上げた後に、生成物およびp-トルエンス
ルホン酸2gをトルエン200mlに溶解し、混合物
を0.5時間、加熱還流させる。慣用の方法で仕
上げ、1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 1 - (4' - プロピルビフェニル - 4
- イル) - エタンを得る。

このエタン誘導体0.065モルのジクロロメタ
ン100mlとアセトニトリル50mlとの混合物中の
攪拌した溶液に、臭素0.065モルを加える。ト
リエチルアミン10gを加え、次いで慣用の方法
で仕上げ処理した後に、粗生成物をTHF 50mlに
溶解する。この溶液に-50℃で、THF 120ml中

ル) - エタン

1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - ヘキシルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - ヘプチルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

1 - (4 - エトキシ - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - オクチルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

1 - (4 - プロピル - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - エチルビフェニル - 4 - イル)
- エタン

1 - (4 - プロピル - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - プロピルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

1 - (4 - プロピル - 2,3 - ジフルオロフェ
ニル) - 2 - (4' - ブチルビフェニル - 4 - イル)
- エタン

1 - (4 - プロピル - 2,3 - ジフルオロフェ

ル) - 2 - (4'-ペンチルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

1 - (4 - プロピル - 2,3 - ジフルオロフェニ
ル) - 2 - (4'-ヘキシルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

1 - (4 - プロピル - 2,3 - ジフルオロフェニ
ル) - 2 - (4'-ヘプチルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

1 - (4 - プロピル - 2,3 - ジフルオロフェニ
ル) - 2 - (4'-オクチルビフェニル - 4 - イ
ル) - エタン

ルをトルエン(50ml)と炭酸ナトリウム水溶液
(50ml、2モル/l)との混合物中で、触媒とし
てテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラ
ジウム(O)を用いて、p-フルオロヨードベ
ンゼン0.05モルとカップリングさせる〔V.
Snieckus等によるTetrahedron Letters 28, No.
43, 5093-5096頁、1987年、参照〕。

生成物は固形物として得られる、 R 85° N
102° I。

同様にして、下記の化合物を製造する：

4' - (トランス - 4 - エチルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3',4 - トリフルオロビフェニ
ル

4' - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3',4 - トリフルオロビフェニ
ル

4' - (トランス - 4 - ブチルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3',4 - トリフルオロビフェニ
ル

4' - (トランス - 4 - ヘキシルシクロヘキシル

例 42

A. 4 - (トランス - 4 - ペンチルシクロヘキ
シルメトキシ) - 2,3 - ジフルオロフェニ
ル - ホウ酸

n-ブチルリチウムのヘキサン中の溶液(60
ml、1.6モル/l)を-70℃で、3 - (トランス
- 4 - ペンチルシクロヘキシルメトキシ) - 1,2
- ジフルオロベンゼン(この化合物は4-トラ
ンス-ペンチルシクロヘキシルメチルプロマイ
ドと2,3-ジフルオロフェノールから例4と同
様にして得られる) THF 200mlおよびTMEDA 0.1
モルの混合物に加え、4時間攪拌する。次いで、
THF 40ml中のトリメチルボレート0.11モルの溶
液を加える。室温まで温めた後に、塩酸溶液
(300ml、10%)を加える。慣用の方法で仕上げ、
課題の生成物を固形物として得る。

B. 4' - (トランス - 4 - ペンチルシクロヘキ
シルメトキシ) - 2',3',4 - トリフルオロ
ビフェニル

エタノール100ml中の上記ホウ酸(42A)0.05モ

ルメトキシ) - 2',3',4 - トリフルオロビフェニ
ル

4' - (トランス - 4 - ヘプチルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3',4 - トリフルオロビフェニ
ル

4' - (トランス - 4 - オクチルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3',4 - トリフルオロビフェニ
ル

原料化合物として、p-ヨード - (トリフル
オロメトキシ) - ベンゼンを使用して、下記の
化合物が得られる：

4' - (トランス - 4 - エチルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3' - ジフルオロ - 4 - トリフル
オロメトキシビフェニル

4' - (トランス - 4 - プロピルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3' - ジフルオロ - 4 - トリフ
ルオロメトキシビフェニル

4' - (トランス - 4 - ブチルシクロヘキシル
メトキシ) - 2',3' - ジフルオロ - 4 - トリフル
オロメトキシビフェニル

4'-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル, R 52° S_A 76° N 108° I

4'-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

4'-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

4'-(トランス-4-オクチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

原料化合物としてp-プロモ-(トリフルオロメチル)-ベンゼンを使用して、下記の化合物が得られる。

4'-(トランス-4-エチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

4'-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル

2-p-オクチルオキシフエニル-5-オクチルピリミジン10%、

2-p-ノニルオキシフエニル-5-オクチルピリミジン14%、

2-p-ヘキシルオキシフエニル-5-ノニルピリミジン3%、

2-p-ノニルオキシフエニル-5-ノニルピリミジン23%、

2-(2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフエニル)-5-オクチルピリミジン7%、

2-(2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフエニル)-5-ノニルピリミジン9%、

2-(p-ペンチルオキシフエニル)-5-(p-オクチルフェニル)-1,3,4-チアジアゾール8%、

2-(p-ヘプチルオキシフエニル)-5-(p-オクチルフェニル)-1,3,4-チアジアゾール8%および

光学活性の4'-オクチルオキシピフエニル-4-イル2-シアノ-2-メチルヘキサノール

ルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

4'-(トランス-4-ブチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

4'-(トランス-4-ペンチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル, R 72° N 90° I

4'-(トランス-4-ヘキシルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

4'-(トランス-4-ヘプチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

4'-(トランス-4-オクチルシクロヘキシルメトキシ)-2',3'-ジフルオロ-4-トリフルオロメチルピフエニル

例 A

2-p-ヘプチルオキシフエニル-5-オクチルピリミジン8%、

ボキシレート10%

よりなる液晶メジウムはS_C* 61 S_A 66 Ch 72 I および室温で18 nC/cm²の自発分極を示す。

例 B

2-p-オクチルオキシフエニル-5-ヘプチルピリミジン4%、

2-p-ノニルオキシフエニル-5-ヘプチルピリミジン4%、

2-p-ヘキシルオキシフエニル-5-ノニルピリミジン7%、

2-p-ヘプチルオキシフエニル-5-ノニルピリミジン12%、

2-p-ノニルオキシフエニル-5-ノニルピリミジン25%、

2-(2,3-ジフルオロ-4-ノニルオキシフエニル)-5-ノニルピリミジン8%、

2-(2,3-ジフルオロ-4-オクチルオキシピフエニル-4'-イル)-5-ヘプチルピリミジン8%、

r-1-シアノ-シス-4-(4'-オクチル

オキシビフェニル-4-イル)-1-オクチルシクロヘキサノール8%、

2-(p-ヘブチルオキシフェニル)-5-(p-ベンチルフェニル)-1,3,4-チアジアゾール7%、

2-(p-オクチルオキシフェニル)-5-(p-ヘブチルフェニル)-1,3,4-チアジアゾール7%および

カイラルのエチル2-(p-(5-ノニルビリミジン-2-イル)-フェノキシ)-プロピオネート10%

よりなる液晶メジウムは S_c^* 58 S_A 64 Ch 75 Γ および室温で10 nC/cm²の自発分極を示す。

例 C

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル4'-オクチルオキシビフェニル-4-イルカルボキシレート12.5%

4-ヘブチルオキシ-2,3-ジフルオロフェニル4'-オクチルオキシベンゾエート14.2%

4-ヘブチル-2-フルオロフェニル4'-ヘ

例 D

4-ヘブチル-2-フルオロフェニル4'-ヘブチルオキシビフェニル-4-イルカルボキシレート16.87%

4-ヘブチル-2-フルオロフェニル4'-ヘブチルオキシ-2'-フルオロビフェニル-4-イルカルボキシレート16.87%

4-オクチル-2-フルオロフェニル4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロビフェニル-4-イルカルボキシレート16.87%

4-オクチルオキシ-3-フルオロフェニル4'-オクチルオキシベンゾエート14%

4-ヘキシルオキシ-3-フルオロフェニル4'-オクチルオキシベンゾエート14%

4-オクチルオキシ-2-フルオロフェニル4-ベンチルベンゾエート10%

4-ヘブチル-3-フルオロフェニル4'-オクチルオキシ-2',3'-ジフルオロビフェニル-4-イルカルボキシレート9%および

カイラルの1-シアノ-2-メチルプロピル

ブチルオキシビフェニル-4-イルカルボキシレート12.5%

4-ヘブチル-2-フルオロフェニル4'-ヘブチルオキシ-2'-フルオロビフェニル-4-イルカルボキシレート12.5%

4-オクチルオキシ-3-フルオロフェニル4'-オクチルオキシベンゾエート14.2%

4-ベンチル-2-フルオロフェニル4'-オクチルオキシベンゾエート12.34%

4-オクチルオキシ-3-フルオロフェニル4-ヘブチルオキシベンゾエート14.24%

カイラルの4-(2-メチルブチル)-フェニル4'-オクチルビフェニル-4-イルカルボキシレート5.04%および

カイラルの1-シアノ-2-メチルプロピル4'-オクチルオキシビフェニル-4-イルカルボキシレート2.48%

よりなる液晶メジウムは S_c^* 66.4° S_A 73° Ch 97.2° Γ および30℃で9 nC/cm²の自発分極を示す。

4'-オクチルオキシビフェニル-4-イルカルボキシレート2.4%

よりなる液晶メジウムは S_c^* 71.8° S_A 81° Ch 103.8° Γ および高い自発分極を示す。

例 E

下記の成分を含有する液晶メジウムを調製する:

4'-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-4-シアノビフェニル13.5%

4-(トランス-4-プロピルシクロヘキシル)-ベンゾニトリル21.6%

4-(トランス-4-ベンチルシクロヘキシル)-ベンゾニトリル32.4%

4-(トランス-4-ヘブチルシクロヘキシル)-ベンゾニトリル22.5% および

4-エトキシ-2,3-ジフルオロ-4'-トリフルオロメトキシビフェニル10.0%

このメジウムは下記の物理的性質を示す:

透明点: 58.3℃, η (20℃) 26.0 mm²/s $\Delta\epsilon$ +13.1, Δn 0.1358

第1頁の続き

⑤Int. Cl. ³	識別記号	庁内整理番号
C 07 C 43/225	C Z	7419-4H
69/75		6917-4H
69/773		6917-4H
69/92		6917-4H
69/94		6917-4H
251/24		8318-4H
255/55		7327-4H
C 07 D 213/30		8314-4C
239/26		6529-4C
239/34		6529-4C
C 09 K 19/12		6516-4H
19/14		6516-4H
19/20		6516-4H
19/30		6516-4H
19/32		6516-4H
19/34		6516-4H
19/46		6516-4H
G 02 F 1/13	5 0 0	8910-2H
⑫発明者 ヨアヒム・クラウゼ		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250
⑫発明者 ゲオルグ・ヴェーベル		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250
⑫発明者 ウルリッヒ・フィンケ ンツエラー		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250
⑫発明者 アンドレアス・ヴェツ ヒトラー		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250
⑫発明者 トーマス・ゲールハー ル		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250
⑫発明者 デヴィッド・コーツ		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250
⑫発明者 イアン=チャールズ・ セイジ		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250
⑫発明者 シモン・グリーンフィ ールド		ドイツ連邦共和国D - 6100ダルムシュタット、フランクフルテル、シュトラッセ250